République Algérienne Démocratique et Populaire.
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Saad Dahleb Blida 1
Institut des sciences et des techniques appliquées

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master professionnelle

En Science alimentaire

Présenté par :

M^lle MOKHTARI Khouloud **M^lle LARBI AISSA Badra**

Thème

Optimisation des propriétés Techno-fonctionnelles de la poudre de citrouille obtenue par séchage convectif

Soutenue le : 02 Juillet 2025

Devant le Jury composé de :

Président :	Dr. BOUZAR Ahmed Chiheb	MCB à l'ISTA, Université de Blida1
Examinatrice:	M^me BOUSSENA Zahida	MAA à l'ISTA, Université de Blida1
Promoteur:	Dr. BOUSSAID Maghnia	MCB à l'ISTA, Université de Blida1
Co-promoteur:	Dr. BOUKHARI Nabil	MCB à l'ISTA, Université de Blida1

Année Universitaire : 2024/2025

Remerciements

Avant tout, nous tenons à exprimer notre gratitude à Allah, le Tout-Puissant, pour nous avoir donné la santé, le courage, la détermination et la patience nécessaires pour mener à bien cette tâche.

À nos chères parentes, nous vous remercions d'avoir toujours été à notre côté, que ALLAH vous protège toujours

Nous tenons à exprimer notre plus profonde gratitude à notre encadrante ***Dr. BOUSSAID Maghnia****, merci pour votre soutien, vos efforts et votre patience avec nous. Merci pour votre précieux conseil et pour avoir répondu à nos questions, et surtout pour votre gentillesse.*

Un grand merci à notre co-encadrant, ***Dr. BOUKHARI Nabil****, pour ses précieux conseils et son soutien constant tout au long de ce projet. Nous le remercions également pour son expertise, ses encouragements, ses conseils avisés et son encadrement attentif. Leur supervision rigoureuse a grandement contribué à la qualité de notre travail.*

Nous sommes également sensibles à l'honneur que nous fait Monsieur ***BOUZAR Ahmed Chiheb****, docteur à l'ISTA, université de Blida1, en acceptant de présider notre jury. Nous vous prions de bien croire à nos profondes gratitudes et nos sincères reconnaissances.*

Nous profitons de l'occasion qui nous est donnée pour exprimer nos profondes reconnaissances à Madame ***BOUSSENA Zahida****, d'avoir accepté de juger ce travail. Vos remarques et suggestions Madame seront de grandes valeurs pour enrichir ce mémoire.*

Nous souhaitons également exprimer toute notre gratitude à Madame ***Nakab Selma*** *pour l'aide précieuse qu'elle nous a apportée, ainsi que pour ses conseils avisés. Nos remerciements vont également à* Madame ***Abdi Asma****, responsable de laboratoire des analyses microbiologiques dans le CACQE qui a contribué à notre formation en partageant généreusement ses connaissances tout au long de notre collaboration.*

Nous avons eu le plaisir de côtoyer, au laboratoire de notre institut, une atmosphère fraternelle et amicale grâce à l'ensemble des membres de nos unités. J'exprime toute ma reconnaissance à Madame ***Belarbi Nadia*** *pour ses précieux conseils, ainsi qu'aux étudiants :* ***Belkheir Meriem*** *;* ***Mesbaiah Ishak****, pour leurs soutien et leurs encouragements. Nous leurs adressons nos remerciements les plus sincères.*

Dédicaces

Grâce à l'aide d'Allah, Le Tout-Puissant, j'ai pu mener à bien ce travail que je dédie du plus profond de mon cœur :

À ma très chère mère Mon amour éternel, mon pilier inébranlable. Tout au long de ce parcours, tu as été la source de ma force et de ma détermination. Par ton amour inconditionnel, ta patience infinie et ton dévouement sans faille, tu as guidé chacun de mes pas. Tu as toujours cru en moi, même dans mes moments de doute. Ton soutien indéfectible, tes sacrifices silencieux et ta présence constante ont fait de ce chemin une réussite possible. Ce mémoire est le reflet de ton amour, de ta foi en moi et de tout ce que tu es. Merci, maman.

À mon cher père, Qui m'a toujours poussé dans mes études.

À ma sœur Rania, dont la présence affectueuse et les paroles réconfortantes m'ont toujours soutenue,

À Hmidet, son époux pour son soutien généreux et sa gentillesse discrète, Et à leur petit Racimo .

À ma petite sœur Wassifa et mes frères Nadir et Karim. Vos rires, votre complicité et votre présence chaleureuse ont été des sources de réconfort et de joie immenses.

À Khouloud, mon amie précieuse, Merci pour ta présence discrète mais toujours rassurante, pour ton écoute sans jugement et ta loyauté sans faille. Dans les moments de doute comme dans les instants de joie, tu as su trouver les mots justes. Ton amitié a été une force douce et constante tout au long de ce parcours. Je te dédie une part de ce travail avec toute mon affection.

Badra

Dédicaces

Louange à Allah, Le Tout-Puissant, qui m'a accordé la force et la patience d'achever ce travail.

Je dédie ce mémoire à mes parents bien-aimés,

À ma mère, lumière de ma vie, pour son amour infini, ses prières silencieuses et ses sacrifices quotidiens,

À mon père, pour sa sagesse, son soutien discret et sa présence rassurante à chaque étape de mon parcours.

À mes frères Younes et Oussama, Merci pour votre affection, vos encouragements et votre complicité qui m'ont toujours donné la force d'avancer.

Et à toute ma famille, pour votre amour, votre bienveillance et votre confiance en moi.

Ce mémoire est le fruit de vos prières, de votre présence et de votre soutien inestimable. À vous tous, je dis merci du fond du cœur.

À mon seul ami, Badiaa

Tu es l'une des rares personnes à avoir su comprendre mes silences et respecter mes faiblesses. Ton amitié sincère, ta présence constante et ton soutien discret ont été pour moi d'un immense réconfort. Merci d'avoir été là, simplement, mais profondément.

Khouloud

Résumé

Cette étude a visé à valoriser la poudre de citrouille (Cucurbita pepo), obtenue par séchage convectif, en tant qu'ingrédient fonctionnel naturel dans la formulation de produits agroalimentaires. Les résultats ont mis en évidence ses propriétés technofonctionnelles intéressantes, notamment une bonne capacité d'émulsification (68,58 %) et une stabilité appréciable (66,87 %).

L'optimisation de la formulation du pain, basée sur un plan de mélange, a permis d'identifier une combinaison optimale incluant 1,5 % de poudre de citrouille et 0,05 % de gomme de xanthane, aboutissant à un pain présentant une meilleure texture, un gonflement accru et une bonne acceptabilité, sans recours à des additifs artificiels.

Les analyses physico-chimiques et microbiologiques ont confirmé la qualité sanitaire et nutritionnelle de la poudre et des pains enrichis. Ces résultats soutiennent l'intérêt de la poudre de citrouille comme alternative naturelle aux additifs de synthèse, et ouvrent des perspectives d'application dans d'autres, telles que les produits carnés et laitiers.

Mots clés :

Cucurbita pepo, Séchage convectif, Propriétés technofonctionnelles, Capacité d'émulsification, Stabilité, Plan de mélange, Gomme de xanthane

Abstract

A natural functional ingredient in the formulation of food products. The results highlighted its promising techno-functional properties, particularly its emulsifying capacity (68.58%) and notable stability (66.87%).

The optimization of bread formulation, based on a mixture design, identified an optimal combination including 1.5% pumpkin powder and 0.05% xanthan gum. This resulted in improved texture, greater loaf volume, and good sensory acceptability, without the use of artificial additives.

Physicochemical and microbiological analyses confirmed the sanitary and nutritional quality of both the powder and the enriched breads. These findings support the use of pumpkin powder as a natural alternative to synthetic additives and suggest its potential application in other food matrices, such as processed meats and dairy products.

Keywords :

Cucurbita pepo, Convective drying, Technofunctional properties, Emulsifying capacity, Stability, Mixture design, Xanthan gum

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تثمين مسحوق اليقطين(*Cucurbita pepo*) ، المتحلّ عليه بالتجفيف الحراري بالحمل، كمكون وظيفي طبيعي في تركيب المنتجات الغذائية. وقد أظهرت النتائج خاّنة التكنو-وظيفية المثيرة للهتمام، ول سيما قدرة استحلب جيدة (68.58%) واستقرارا ملحوظا (66.87%).

أتاح تحسين تركيبة الخبز، بالعتماد على خطة المزج، تحديد تركيبة مثالية تتضمن 1.5% من مسحوق اليقطين و 0.05% من صمغ الزانثان، مما أدى إلى الحوّل على خبز يتميز بقوام أفضل، وانتفاخ متزايد، وقبول جيد، دون اللجوء إلى إضافات اصطناعية.

أكدت التحاليل الفيزيائية الكيميائية والميكروبيولوجية الجودة الحّية والغذائية للمسحوق والخبز المثرى. تدعم هذه النتائج أهمية مسحوق اليقطين كبديل طبيعي للضافات الصطناعية، وتفتح آفاقا لتطبيقه في مقّوفات غذائية أخرى، مثل منتجات اللحوم واللبان

الكلمات المفتاحية :

Cucurbita pepo (قرع العسل – الكوكوربيتا بيبو) التجفيف بالحمل (التجفيف الحراري) الخصائص التكنولوجية الوظيفية،قدرة الاستحلاب، الثباتية،خطة الخلط،صمغ الزانثان.

Sommaire

Liste des abréviations		
Liste des figures		
Liste des tableaux		
Introduction		1
Partie 1 : Synthèse bibliographique		
CHAPITRE I : Importance des additifs alimentaires dans la formulation des produits alimentaires		
1.1	Généralité	7
1.2	Classification des additifs et leur rôle	8
1.2.1	Conservateurs	8
1.2.2	Antioxydants et régulateurs d'acidité	8
1.2.3	Colorants	9
1.2 4	Épaississants, stabilisants, émulsifiants et gélifiants	9
1.2.5	Arômes	10
1.2.6	Agents de glaçage et édulcorants	10
1.2.7	Suppléments nutritifs	10
1.3	Les avantages des additifs alimentaires	11
1.3.1	Un plus grand choix d'aliments	11
1.3.2	Disponibilité	11
1.3.3	Prix raisonnable	11
1.4	Risques liés aux additifs alimentaires (risques pour la santé)	12
1.5	Additifs d'origine naturelle (nombre d'avantages	14
1.5.1	Effets bénéfiques sur la santé	14
1.5.2	Amélioration sensorielle	14
1.5.3	Durabilité et préférence des consommateurs	14
1.5.4	Propriétés fonctionnelles	14
CHAPITRE II : Généralité sur la citrouille		
2.1	Présentation de la Citrouille	16
2.2	Description botanique	17
2.3	Systématique de la citrouille	18
2.4	Production de la citrouille	18
2.4.1	Dans le monde	18
2.4.2	En Algérie	19
2.5	Usages thérapeutiques de la citrouille selon leur composition chimique	19
2.6	Usages culinaire	21
2.7	Le séchage	22
2.7.1	Les avantages de séchage	24
2.7.2	Les inconvénients du séchage	24
2.7.3	Impact du séchage convectif sur la qualité de la citrouille	24
2.7.4	Importance de séchage convectif	25
CHAPITRE III: Effet des propriétés techno- fonctionnelle sur les produits alimentaires		
3.1	Définition des propriétés techno-fonctionnelles	27
3.2	Classification des propriétés techno-fonctionnelles	27
3.3	La capacité d'émulsification et son importance dans la panification	28
3.3.1	Définition	28

3.3.2 Composants majeures des émulsions	28
3.3.3 importance de la capacité d'émulsification dans la panification	29
3.4 Optimisation des formulations par les plants de mélange	30
3.4.1 Types des plans de mélange	30
3.4.1.1 Plans de mélange en réseau	31
3.4.1.2 Plans de mélange centrés	31
3.4.1.3 Plans de mélange contraints	32
Partie 2 : Matériel et méthodes	
1. Matériel végétal et la préparation du pain	35
1.1 Préparation de la poudre de citrouille par un séchage	35
1.2 Préparation du pain à base de la poudre de citrouille	36
2. Analyses physico-chimiquesde la poudre de citrouille	36
2.1 Détermination de l'acidité titrable	36
2.2 Détermination de la teneur en eau	37
2.3. Dosage du taux de cendres par incinération	37
2.4. Dosage des protéines totale	38
2.5. Dosage de matière grasse par extraction solide-liquide Soxlhet	39
3. Plan de mélange	39
4. Analyses sonsoriels	39
5. Analyses microbiologiques	40
6. Optimisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille	41
6.1. Détermination de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille	42
6.2. Détermination de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille	43
Partie 3 : Résultat et discussion	
1. Le pain préparé à la base de poudre de citrouille	46
2. Résultats des analyses physico chimiques	47
3. Résultats de plan de mélange	49
4. Résultats sonsoriels	52
5. Résultats des analyses microbiologique	56
6. Détermination des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille	58
6.1. Optimisation des paramètres influençant la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille	58
6.2. Optimisation des paramètres influençant la stabilité de l'émulsification de la poudre de citrouille	68
Conclusion	80
Référence bibliographique	
Annexes	

Liste des abréviations

Abs: Absence
ANOVA : Analyse de la Variance
BBD : Box-Benhken Design
C. pepo : Cucurbita pepo
R^2 : Coefficient de détermination
JORA : Journal officiel de la république algérienne
MPE : Méthodologie des plans d'expériences
MSR : Méthodologie de Surface de Réponse
UFC/g : Unité format colonie par gram
PC : poudre de citrouille
G X : Gomme de xanthane
ASR : Anaérobies Sulfito-Réducteurs
VRBL : Violet Red Bile Lactose Agar
PCA: Plate Count Agar
TSE : Tris-Saline-EDTA buffer

Liste des tableaux

N	Titre	page
1	Les risques pour la santé liés aux additifs alimentaires	12
2	Les ingrédients de pain à base de citrouille	36
3	Analyses microbiologiques applicables aux Pain et à la poudre de citrouille	40
4	Les niveaux de variables	43
5	Résultats du modèle en fonction des différentes combinaisons	44
6	Résultats des analyses physico chimiques de la poudre de citrouille	47
7	Coefficients estimés du modèle de régression linéaire pour l'acceptabilité générale du pain	50
8	Évaluation sensorielle des différents pains formulés (A, B et C)	50
9	Interprétation des résultats du modèle	51
10	Résultats des analyses microbiologiques effectués sur le pain de citrouille et la poudre de citrouille.	56
11	Résultats du modèle en fonction des différentes combinaisons	58
12	Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité d'émulsifiassions de la poudre de citrouille.	59
13	Estimation des effets de surface de réponse de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille.	62
14	Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille.	68
15	Estimation des effets de surface de réponse de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille.	71
16	Utilisation de la poudre de citrouille	78

Liste des figures

Figure 1 : Différents stades de croissance et de développement de la citrouille	**18**
Figure 2 : Valeurs des composants dans un plan de mélange	30
Figure 3 : Plan de mélange en réseau (3,2)	31
Figure 4:plant de mélange centré à 3 composants	32
Figure 5: Limites inférieures et supérieures dans un plan de mélange contraint	33
Figure 6: Petits pains cuits enrichis en non de la PC	46
Figure 7: Vue de la coupe transversale de la mie de pain	46
Figure 8 : Surface de réponse de l'acceptabilité sensorielle en fonction des proportions de farine de blé et de poudre de citrouille (plan de mélange 2D).	49
Figure 9 : Diagramme radar – profil sensoriel global	52
Figure 10 : Evaluation sensorielle de l'aspect visuel des pains enrichis ou non en poudre de citrouille	53
Figure 11 : Analyse sonsorielle de la texture en bouche des pains enrichis ou non en poudre de citrouille	53
Figure 12 : Evaluation olfactive des pains formulés avec ou sans poudre de citrouille	54
Figure 13 : Analyse sonsorielle comparative du gout des pains enrichis ou non en poudre de citrouille	55
Figure 14 : Appréciation globale des pains contenant de la poudre de citrouille	55
Figure 15: Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité d'émulsification de la Poudre de citrouille	60
Figure 16 : Diagramme de Pareto des effets pour la capacité d'émulsification	61
Figure 17: Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (A)	63
Figure 18 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide (a)	63
Figure 19 : Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide (B)	64
Figure 20 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide (b)	64
Figure 21 : Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps centrifugation et le temps d'homogénéisation (C)	65
Figure 22 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps d'homogénéisation (c)	65
Figure 23 : Profil de la fonction de désirabilité de la capacité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (1.4)	66
Figure 24 :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (1.4)	67
Figure 25 : Diagramme de Pareto des effets pour la stabilité d'émulsification	69
Figure 26 : Valeurs observées et valeurs prévues de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille	70
Figure 27 : Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (D)	72
Figure 28 : Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de poudre de ctrouille en fonction de temps de d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (d)	72
Figure29 : Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide (E)	73
Figure 30: Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide (e)	73
Figure 31 : Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et temps d'homogénéisation (F)	74
Figure 32 : Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et temps d'homogénéisation (f)	74
Figure 33: Profil de la fonction de désirabilité de la stabilité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (-1.4)	75
Figure 34 : Profil de la fonction de désirabilité de la stabilité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-5), temps d'homogénéisation (1) et le temps de centrifugation (-1)	76

Introduction

Les technologies modernes de transformation des aliments ont favorisé l'utilisation croissante d'additifs, visant à améliorer les propriétés nutritionnelles et fonctionnelles des denrées alimentaires, notamment leur goût, leur aspect, leur texture et leur durée de conservation.

Cependant, cette avancée n'est pas exempte de préoccupations, notamment en matière de toxicologie alimentaire. À long terme, l'exposition répétée à certains additifs peut entraîner des effets cumulatifs néfastes pour la santé, qualifiés de « poisons lents », pouvant accroître les risques de maladies chroniques ou de décès prématuré **(Abusaloua *et al.,* 2019).** Au cours des deux dernières décennies, de nombreuses études ont mis en évidence des effets endocriniens perturbateurs et d'autres impacts sanitaires préoccupants (**Külcü *et al.,* 2024 ; Trasande *et al.,* 2018).**

Dans ce contexte, l'intérêt pour les aliments fonctionnels s'est considérablement accru. La citrouille, issu de la famille des Cucurbitacées, appartenant au genre *Cucurbita* et l'espèces *Cucurbita pepo*, est un légume largement cultivé et consommé, reconnu pour sa valeur nutritionnelle, ses effets bénéfiques sur la santé et ses avantages économiques **(Bemfeito *et al.,* 2020 ; Yang *et al.,*2007).** C'est un légume extraordinaire, qui peut être utilisé à la fois comme aliment fonctionnel nutritif et comme plante médicinale **(Hosen *et al.,* 2021).**

La peau et la chair de la citrouille contiennent des minéraux essentiels ainsi que des composés phytochimiques (comme le bêta-carotène, les flavonoïdes totaux et les composés phénoliques totaux) qui peuvent contribuer à la lutte contre le vieillissement et au renforcement du système immunitaire. En particulier, les graines de citrouille sont riches en zinc, et dans le contexte de l'épidémie de COVID-19, les scientifiques sont bien conscients des effets oxydants et médiateurs du zinc sur la stimulation enzymatique dans le corps **(Hosen *et al.,* 2021).** Les extraits de différentes parties de la citrouille contiennent des composés biologiquement actifs aux effets antidiabétiques, antibactériens, hypocholestérolémiants, antioxydants, anticancéreux, antimutagènes, immuno-modulateurs et autres **(Krimer-Malesevic, 2020). Alabassi *et al.*, (2020)** ont démontré que les fruits de citrouille possèdent de puissantes propriétés antibactériennes.

Grâce à sa richesse nutritionnelle, la citrouille est transformée industriellement en divers produits alimentaires destinés aux secteurs de la boulangerie, de la viande, des produits laitiers et des boissons **(Aziz *et al.,* 2023 ; Staichok *et al.,* 2016).** En plus de ses qualités diététiques, la citrouille est valorisé sous forme de poudre dans diverses formulations

alimentaires pour ses propriétés techno-fonctionnelles, telles que la capacité de rétention d'eau (Water Holding Capacity, WHC), la capacité de rétention d'huile (Oil Holding Capacity, OHC), la capacité de gonflement, les propriétés émulsifiantes et colorantes **(Aktaş *et al.,* 2024 ; Rasdi *et al.,* 2024).**

La poudre de potiron est généralement obtenue par séchage convectif à l'air chaud, un procédé classique de conservation alimentaire. Ce traitement permet de prolonger la durée de vie des produits, de réduire leur encombrement et les coûts liés au conditionnement, au stockage et au transport **(Adeyeye *et al.,* 2022).**

Une poudre de bonne qualité se caractérise par une faible activité de l'eau, une teneur élevée en caroténoïdes, une densité apparente favorable, et de bonnes aptitudes d'absorption de l'eau et de l'huile **(Roongruangsri et Bronlund, 2016).** Les propriétés fonctionnelles des poudres sont directement influencées par leur microstructure, notamment la porosité, le volume et la taille des pores, ainsi que la distribution granulométrique **(Nguyen *et al.,* 2015).** La capacité de rétention d'eau et de rétention d'huile conditionne la texture, la sensation en bouche, la stabilité des matrices alimentaires et la prévention de la synérèse **(Ozyurt et Ötles, 2016).**

L'intérêt du grand public pour la consommation de pain sain augmente avec la prévalence élevée de maladies telles que l'obésité, le diabète et les maladies coronariennes. Cela encourage le développement de produits de boulangerie ciblés, comme les pains hautement nutritifs ou adaptés à un régime alimentaire spécifique **(Hager *et al.,* 2012).** La citrouille peut être transformée en farine, ce qui prolonge sa durée de conservation. La farine de citrouille est appréciée pour sa saveur agréable, sa douceur naturelle et sa couleur jaune-orangé intense. Elle est utilisée pour enrichir les farines de céréales dans la boulangerie (gâteaux, biscuits, pains), mais aussi dans les soupes, sauces, nouilles instantanées, mélanges d'épices, ainsi que comme colorant naturel dans les pâtes alimentaires et mélanges de farines **(Minarovičová *et al.,* 2017).**

L'utilisation de la citrouille dans la production de pain blanc n'a pas seulement amélioré ses qualités organoleptiques, mais a aussi amélioré ses propriétés physiques, notamment une augmentation du volume de la miche (**Dyshlyuk *et al.,* 2017).** L'ajout de poudre de citrouille a entraîné une augmentation significative du temps de développement de la pâte, de sa stabilité ainsi que de l'indice de qualité mesuré au farinographe. En revanche, l'absorption d'eau a diminué. La poudre de citrouille a également entraîné une augmentation de

l'extensibilité de la pâte, de sa résistance et de son coefficient de résistance. La poudre de citrouille a permis d'améliorer la valeur nutritionnelle du pain sans altérer les qualités sensorielles du produit final **(Zahra Davoudi *et al.,* 2020).**

La citrouille est également une culture prometteuse pour générer des revenus et lutter contre l'insécurité alimentaire. Toutefois, la détérioration des produits horticoles, principalement causée par des attaques microbiennes, constitue un problème majeur limitant la durée de conservation des produits frais et transformés. Le séchage est l'une des meilleures méthodes de conservation de la citrouille pour prévenir les altérations microbiennes **(Kiharason et Isutsa, 2019).**

Dans toutes ces réflexions et production de connaissances, un point très important est que, déjà sans apport extérieur de produits antimicrobiens, les aliments doivent trouver en eux-mêmes les substances chimiques et les conditions physico-chimiques pour combattre ou limiter la croissance des microorganismes pathogènes ou d'altération. À défaut et en complément, des substances naturelles ou pas, présentant une totale innocuité, pourront être utilisées, par exemple des dépresseurs de l'activité de l'eau ou des substances régulatrices de pH ou des peptides antibactériens, etc. Ici, le terme « substance » doit être compris comme chimique ou biologique.

La citrouille a ainsi fourni divers composés antimicrobiens à large spectre. L'huile de citrouille a montré une activité inhibitrice contre plusieurs micro-organismes : Staphylococcus aureus, Acinetobacter baumannii, Aeromonas veronii, Escherichia coli, Salmonella enterica, Enterococcus faecalis, Pseudomonas aeruginosa, le biogroupe Sorbia, Candida albicans, Klebsiella pneumoniae et Serratia marcescens, à une concentration de 2,0 % (v/v) **(Hammer *et al.,* 1999).** Les substances extraites de la citrouille ont démontré une activité antimicrobienne contre des bactéries Gram-positives et Gram-négatives **(Tadee *et al.,* 2020).**

Face à la complexité croissante des formulations alimentaires et à la multiplicité des paramètres intervenant dans la transformation des denrées, les approches statistiques multivariées sont devenues incontournables pour une compréhension et une optimisation rigoureuse des procédés. Parmi elles, la Méthodologie de Surface de Réponse (RSM) s'est imposée comme un outil puissant pour modéliser et optimiser une réponse en fonction de plusieurs variables indépendantes **(Chelladurai *et al.,* 2021 ; De Oliveira *et al.,* 2019).** Combinant planification expérimentale, modélisation mathématique et optimisation, cette méthode est largement utilisée dans le domaine de l'agroalimentaire.

De nombreuses études ont validé l'efficacité de la RSM dans l'optimisation des propriétés fonctionnelles de poudres alimentaires. Nous avons utilisé cette technique afin d'optimiser la formulation d'un pain incorporé de poudre de citrouille pour améliorer les acceptabilités.

L'objectif de notre travail est l'utilisation de la poudre de citrouille obtenue par séchage convectif dans la formulation d'un pain sans utilisation d'additifs synthétiques comme l'améliorant, l'émulsifiant et les colorants.

Après cette introduction, nous avons structuré ce mémoire en trois grandes parties.

La première partie est une synthèse bibliographique, et comporte trois chapitres. Le premier chapitre aborde l'importance des additifs alimentaires dans la formulation des produits alimentaires. Le deuxième chapitre est consacré à la présentation botanique de de la citrouille, les propriétés thérapeutiques, sa composition et les travaux déjà réalisés sur cette plante. Enfin, le troisième chapitre examine l'effet des propriétés techno fonctionnelles sur les produits alimentaires.

La deuxième partie est expérimentale, s'articule selon trois axes distincts : Nous détaillons, dans un premier temps l'échantillonnage de la citrouille, la préparation de la poudre et l'utilisation de ce dernier dans la préparation de notre pain. Nous abordons ensuite, l'étude de la propriété physico-chimique, de la poudre, les analyses sensorielles du pain et le pouvoir antimicrobien de la poudre de citrouille et du pain. Nous avons ensuite réalisé une optimisation des propriétés fonctionnelles de cette poudre en utilisant la méthodologie de surface de réponse.

La troisième et dernière partie du mémoire propose une synthèse et une discussion des résultats obtenus, portant à la fois sur les propriétés physico-chimiques de la poudre de citrouille, sa capacité d'émulsification, les analyses sensorielles du pain enrichi avec cette poudre, ainsi que le pouvoir antimicrobien de la poudre et du pain. Une conclusion détaillée achève la présentation écrite.

Partie 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I

Importance des additifs alimentaires dans la formulation des produits alimentaires

1.1. Généralité

Depuis toujours l'homme cherche à préserver la qualité de sa nourriture en période d'abondance pour pouvoir être utilisé en période de rareté, diverses méthodes ont été utilisées comme la fumée, le séchage, la congélation par glaces naturelles mais aussi en ajoutant des substances aux denrées alimentaires telles que le sel (le premier conservateur de la viande et du poisson) ou le sucre en hautes concentration afin de prolonger la durée de vie des aliments **(Bourrier.T, 2006).**

Au 19ème siècle, commence le développement industriel de l'alimentation, parallèlement avec la chimie et la microbiologie, c'est alors que de nouvelles molécules sont apparues « les additifs alimentaires » **(Diezi *et al.*, 2011).**

Les additifs alimentaires (AA) sont définis comme étant des substances non consommées en tant que denrée alimentaire, ayant ou non une valeur nutritive et dont l'addition intentionnelle à une denrée alimentaire dans un but technologique ou organoleptique à une étape quelconque de la fabrication de la dite denrée entraîne (directement ou indirectement) une modification des caractéristiques de l'aliment **(Guaouar *et al.*, 2022).**

Un additif alimentaire est donc une substance qui est incorporée dans un aliment pour une fonction autre que nutritive. L'incorporation intentionnelle de l'AA à un aliment a pour but de garantir la qualité sanitaire des aliments, conférer une texture particulière à l'aliment, améliorer l'aspect et le goût d'une denrée alimentaire ou garantir la stabilité du produit **(Guaouar *et al.*, 2022).**

Au 21ème siècle avec le progrès technologique et le développement de l'industrie agroalimentaire, une modification profonde a touché notre alimentation. L'emploi d'additifs alimentaires est devenu indispensable : « conservateurs, colorants, édulcorants de synthèse, antioxydants, aromatisants, agents émulsifiants, stabilisants, épaississants, gélifiants, enzymes, exhausteurs du gout… » **(Apfelbaum et Romon, 2009).**

1.2. Classification des additifs et leur rôle

Les additifs alimentaires peuvent être classés en plusieurs groupes :

1.2.1. Conservateurs

La conservation des aliments a beaucoup évoluée au fil des siècles et a contribué à accroître la sécurité alimentaire. L'utilisation des conservateurs autres que les huiles, sels, peintures,… etc, dans les aliments à commencer à la fin du 19ème siècle, mais ne s'est généralisée qu'au 20ème siècle **(Evans *et al.*, 2010).**

Les conservateurs sont des substances qui sont communément ajoutées à divers produits pharmaceutiques afin de prolonger leur durée de vie. L'ajout des agents de conservation à ces produits, en particulier à ceux ayant une teneur en eau plus élevée, est essentiel pour éviter toute altération et dégradation par les micro-organismes pendant le stockage et l'utilisation **(H. Y. Hang *et al.*, 2003).**

1.2.2. Antioxydants et régulateurs d'acidité

Les antioxydants ou antioxygènes empêchent l'oxydation des aliments et toutes les modifications organiques qui découlent de cette oxydation (rancissement des graisses, brunissement des fruits et légumes frais): acide ascorbique, ascorbate de sodium, ascorbate de calcium, tocophérols, alpha-tocophérol, gamma-tocophérol, acide érythorbique, érythorbate de sodium, hydroquinone tertiaire-butyle (TBHQ), hydroxyanisole butylé (BHA), hydroxytoluène butylé (BHT), extraits de romarin et 4-hexylrésorcinol **(Huang et Ferraro, 1992)**

Tandis que les régulateurs d'acidité abaissent le pH pour ralentir les attaques microbiennes : lactate de sodium, lactate de potassium, lactate de calcium, acide citrique, citrates de sodium, citrates de potassium, citrates de calcium, acide tartrique, tartrates de sodium, tartrates de potassium, tartrate de sodium-potassium, acide phosphorique, phosphates de sodium et phosphates de potassium **(EFSA, 2015).**

1.2.3. Colorants

Un additif de couleur est tout colorant, pigment ou substance qui, lorsqu'il est ajouté ou appliqué à un aliment, un médicament, un cosmétique ou au corps humain, est capable (seul ou par réaction avec d'autres substances) de conférer une couleur **(Redbook.II. US FDA., 2014) .**

Les additifs de couleur sont utilisés dans les aliments pour de nombreuses raisons :

1) pour compenser la perte de couleur due à l'exposition à la lumière, à l'air, aux températures extrêmes, à l'humidité et aux conditions de stockage ;

2) pour corriger les variations naturelles de couleur ;

3) pour rehausser les couleurs naturellement présentes ;

4) pour donner de la couleur à des aliments incolores ou à des aliments « amusants ». Les additifs de couleur sont aujourd'hui reconnus comme une composante importante de pratiquement tous les aliments transformés que nous consommons.

Les couleurs autorisées par la FDA sont classées en deux catégories : soumises à certification ou exemptées de certification, toutes deux devant répondre à des normes de sécurité rigoureuses avant leur approbation et leur inscription pour une utilisation dans les aliments **(FDA, 2020).**

1.2.4. Épaississants, stabilisants, émulsifiants et gélifiants

Ils sont devenus une partie intégrante de l'industrie actuelle de la fabrication alimentaire. Les épaississants augmentent le volume, modifient la viscosité et améliorent la transformabilité des produits alimentaires. Les stabilisants, comme leur nom l'indique, stabilisent les produits alimentaires, parfois grâce à l'utilisation de charges.

Les émulsifiants facilitent la miscibilité de substances autrement immiscibles. Par exemple, les émulsions eau-dans-huile ou huile-dans-eau utilisées dans l'industrie alimentaire sont réalisées à l'aide d'émulsifiants. Les agents gélifiants contribuent principalement à la viscosité et aux propriétés sensorielles des produits alimentaires. En somme, tous les épaississants, stabilisants, émulsifiants et agents gélifiants contribuent à la stabilité et à la

palatabilité des produits alimentaires. Cette catégorie d'additifs alimentaires comprend également des composés naturels et synthétiques: lécithines, acide alginique, agar, carraghénane, algue eucheuma transformée, gomme de caroube, gomme de guar, tragacanthe, gomme d'acacia (gomme arabique), gomme xanthane, hémicellulose de soja, gomme cassia, pectines **(Rioux L.E, 2007).**

1.2.5. Arômes

Les arômes sont les substances responsables des propriétés organoleptiques d'une denrée alimentaire. Ils ne possèdent aucune qualité nutritive, mais jouent cependant un rôle essentiel. Le goût et l'odeur d'une denrée sont les facteurs qui déterminent l'acceptation de celle-ci par un individu et stimulent son appétit. Ils ajoutent en outre un plaisir et une satisfaction mentale indépendante de l'assouvissement de la faim. Utilisent dans les Garnitures pour puddings et tartes, mélanges pour desserts à la gélatine, mélanges pour gâteaux, vinaigrettes, bonbons, boissons gazeuses, crèmes glacées et sauce barbecue **(Fernandez *et al.*, 2022).**

1.2.6. Agents de glaçage et édulcorants

Les agents de glaçage peuvent être naturels ou synthétiques. Ils sont principalement utilisés pour la conservation des aliments en formant une fine couche autour d'eux. Parmi les agents de glaçage fréquemment utilisés dans l'industrie alimentaire, on trouve : Agents de glaçage (acide stéarique, cire d'abeille, cire de candelilla, cire de carnauba, shellac, cire microcristalline, cire cristalline, lanoline, cire de polyéthylène oxydée, esters de colophane et paraffine) ; Édulcorants (sorbitol, sirop de sorbitol, mannitol, acésulfame K, aspartame, acide cyclamique et ses sels de Na et Ca, isomalt, saccharine et ses sels de Na, K et Ca, sucralose et thaumatine) **(Barrett *et al.*, 2003).**

1.2.7. Suppléments nutritifs

Ils restaurent les valeurs perdues lors du traitement ou du stockage, ou garantissent une valeur nutritionnelle supérieure à celle que la nature aurait pu fournir. Lorsque les aliments sont transformés, il peut y avoir une perte de certains nutriments, : thiamine, acide nicotinique, fer, calcium, vitamine C et additifs de fibres comme la cellulose, la pectine et les dérivés d'amidon **(Sloan, 1998).**

1.3. Les avantages des additifs alimentaires

L'utilisation des additifs alimentaires doit être justifiée et déclarée comme seule option afin d'assurer la fonction décrite, et que la balance (avantage) doit être au profit des avantages, on peut citer **(Codex Alimentarius, 2019).**

1.3.1. Un plus grand choix d'aliments

La disponibilité des additifs a permis la production de nombreux aliments hors saison et d'une variété de nouveaux produits alimentaires. Les additifs ont favorisé le développement de plats préparés, de snacks, d'aliments hypocaloriques et bénéfiques pour la santé (fonctionnels), d'aliments exotiques et de substituts alimentaires. Aujourd'hui, les marchés et les magasins proposent plusieurs produits alimentaires, offrant ainsi aux consommateurs une grande variété de produits alimentaires **(Inetianbor *et al.,* 2015).**

Les stabilisants, les émulsifiants et les additifs colorants et aromatisants ont permis le développement de substituts alimentaires tels que la margarine et les produits à base de viande de soja, qui n'existeraient pas sans additifs. L'industrie des snacks s'est développée avec succès grâce aux additifs colorants et aromatisants, ce qui a permis de proposer une grande variété de snacks **(Lima *et al.,* 2008).**

1.3.2. Disponibilité

Les additifs alimentaires permettent à la population urbaine croissante de disposer d'une variété d'aliments tout au long de l'année, ce qui rend possible un éventail d'aliments sans les inconvénients des achats quotidiens **(Houghton M, 2002).** Ils préservent la salubrité et l'attrait des aliments pendant leur acheminement vers des marchés situés parfois à des milliers de kilomètres de leur lieu de culture ou de fabrication. La durée de conservation des produits céréaliers peut être augmentée de plus de 200 % grâce à l'utilisation d'antioxydants **(Branen A, 1975).**

1.3.3. Prix raisonnable

Bien que peu d'études récentes indiquent que les additifs réduisent le prix global des aliments, une étude de 1973 citée dans l'article suggère que la suppression totale des additifs entraînerait une augmentation du prix de certains aliments transformés. Par exemple, si les

additifs étaient supprimés de la margarine, les consommateurs devraient acheter des pâtes à tartiner plus chères, comme le beurre. Si les additifs étaient supprimés du pain, des saucisses, des saucissons et du fromage fondu, de nouvelles procédures de transformation, une réfrigération accrue et un emballage amélioré seraient nécessaires, à un coût plus élevé, pour maintenir la disponibilité des produits. L'hypothèse selon laquelle les additifs alimentaires font baisser le prix repose sur le maintien du même type et de la même qualité d'aliments actuellement disponibles, ce qui suggère que la fourniture d'une variété et d'avantages sans additifs coûterait plus cher **(Branen A, 1975).**

1.4. Risques liés aux additifs alimentaires

Les additifs alimentaires, bien que réglementés, présentent divers risques pour la santé. Certaines études ont lié la consommation excessive de certains additifs à des problèmes de santé comme des réactions allergiques, des troubles digestifs, et même des impacts sur le comportement chez les enfants.

Tableau 1 : Les risques pour la santé liés aux additifs alimentaires. ***(Ukwo, et al., 2022).***

Les additifs alimentaires	Risques pour la santé
Tartrazine	Une ingestion excessive et prolongée peut entraîner divers effets indésirables, indiquant un potentiel génotoxique envers les lymphocytes humains.
Acide borique	Nocif pour la santé humaine s'il est consommé en grandes quantités, mais encore utilisé dans des aliments comme les viandes, le caviar et les produits laitiers en raison d'un manque de sensibilisation aux risques.
Nitrites et nitrates	Une exposition à des niveaux élevés est associée à une incidence accrue de cancer chez les adultes, et possiblement à une incidence accrue de tumeurs cérébrales, de leucémie et de tumeurs nasopharyngées chez les enfants en raison de la formation de nitrosamines.
Hydroxytoluène butylé (BHT) Et hydroxyanisole butylé (BHA) :	Suspectés d'induire des risques pour la santé tels que l'hyperactivité chez les enfants, des dommages aux poumons, au foie et aux reins, et le cancer à fortes doses.

Édulcorants artificiels (saccharine, aspartame, sucralose)	Liés à des maux de tête, des difficultés respiratoires, des éruptions cutanées, des diarrhées, des migraines et une dépression. La teneur en chlore du sucralose est considérée comme cancérigène.
Benzoates	Peuvent déclencher des allergies comme des éruptions cutanées et de l'asthme, et sont soupçonnés de causer des dommages au cerveau.
Bromates	Détruisent les nutriments dans les aliments et peuvent provoquer des nausées et des diarrhées.
Butylates	Responsables de niveaux élevés de cholestérol sanguin et d'une altération des fonctions hépatiques et rénales.
Caféine	Peut causer de la nervosité, des palpitations cardiaques et, occasionnellement, des malformations cardiaques.
Saccharine	: Provoque des réactions toxiques affectant la peau, le tractus gastro-intestinal et le cœur, et peut entraîner des tumeurs et un cancer de la vessie.
Colorant rouge 40	Suspecté de causer certaines malformations congénitales et éventuellement le cancer.
Mono et di-glycérides	Peuvent causer des malformations congénitales, des changements génétiques et le cancer.
Caramel	Peut provoquer des carences en vitamine B6, des défauts génétiques et même le cancer.
Chlorure de sodium	Peut entraîner une hypertension artérielle, une insuffisance rénale, un accident vasculaire cérébral et une crise cardiaque.
Effets généraux	Les additifs peuvent causer des allergies, de l'hyperactivité, un trouble du déficit de l'attention, de l'asthme, le rhume des foins, des éruptions cutanées, des vomissements, des maux de tête, une oppression thoracique, de l'urticaire et une aggravation de l'eczéma chez les personnes sensibles. Une teneur élevée en sel, saccharose et graisses dans les aliments contenant des additifs contribue à une malnutrition subclinique en raison d'une faible valeur nutritionnelle par rapport aux calories.

1.5. Additifs d'origine naturelle

Les additifs alimentaires d'origine naturelle, dérivés de plantes, d'animaux et de minéraux, offrent plusieurs avantages :

1.5.1. Effets bénéfiques sur la santé

Les conservateurs naturels comme les huiles essentielles (huile essentielle de clou de girofle, eugénol, limonène, huile essentielle de cannelle) sont des alternatives attrayantes aux conservateurs artificiels en raison de leurs effets néfastes moindres sur la santé. Les antioxydants naturels tels que l'acide caféique, la curcumine, la vitamine E, les catéchines polyphénoliques et le carnosol peuvent agir comme des composés anti-cancérigènes non toxiques. La curcumine présente des propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anticancéreuses, tandis que la riboflavine agit comme un antioxydant avec des avantages supplémentaires pour la santé **(Chen *et al.,* 2017).**

1.5.2. Amélioration sensorielle

Les colorants naturels comme la curcumine et la riboflavine améliorent l'attrait sensoriel. La poudre de betterave et le caramel, dérivés de sources naturelles, sont utilisés comme colorants, tandis que le soja et le maïs maintiennent la consistance des aliments **(Souza *et al.,* 2016).**

1.5.3. Durabilité et préférence des consommateurs

La tendance vers les additifs naturels correspond à la demande des consommateurs pour des produits à étiquette propre, remplaçant les additifs artificiels par des alternatives naturelles comme la lécithine (issue du soja), les extraits de pépins de raisin et la chlorophylle **(Ukwo *et al.,* 2022).**

1.5.4. Propriétés fonctionnelles

Les conservateurs naturels encapsulés comme l'huile essentielle de thym et la curcumine montrent une libération prolongée, des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes améliorées. L'alginate, un épaississant et gélifiant naturel, contribue à la viscosité et aux propriétés sensorielles **(Lima *et al.,* 2008).**

Chapitre II

Généralité sur la citrouille
(Cucurbita pepo L.)

2.1. Présentation de la Citrouille (*Cucurbita pepo L.)*

La citrouille est une plante herbacée, monoïque et annuelle **(Younis *et al.,* 2000),** appartiennent à la famille des Cucurbitacées et au genre Cucurbita **(Lee *et al.,* 2003).** La famille des Cucurbitacées comprend cinq genres principaux : *Citrullus, Cucumis, Lagenaria, Sechium, et Cucurbita.* Il existe cinq espèces économiquement importantes dans le genre Cucurbita, à savoir : *C. turbaniformis, C. maxima, C. moschata, C. ficifolia, et C. pepo* **(Achilonu *et al.,* 2018).**

Cucurbita, un genre originaire des Amériques avec une distribution naturelle allant des États-Unis jusqu'à l'Argentine, comprend les citrouilles et les courges, qui sont des cultures alimentaires importantes dans les régions tempérées, subtropicales et tropicales **(Gong *et al.,* 2012).**

Cucurbita pepo L. est l'espèce du genre Cucurbita ayant la plus grande valeur économique **(Paris, 2008)**, on l'a observée poussant à l'état sauvage dans le sud des États-Unis et le nord-est du Mexique.

Noms vernaculaires :

- ***En Français :*** Citrouille **(Lim, 2012)**
- ***En Arabe :*** Yaqtîn **(Goetz et Le Jeune, 2010)**
- ***En anglais :*** Pumpkin **(Younis *et al.,* 2000)**

La citrouille est classée comme un fruit, mais elle est largement considérée comme un légume **(Christian *et al.,* 2020).** La taille des fruits de C. pepo varie de 30 g à 20 kg, et leurs formes vont de sphériques à aplaties, voire très allongées **(Gong *et al.,* 2012).** Sa couleur jaune-orangé est attribuée à la présence de β-carotène, un composé reconnu pour ses bienfaits dans la prévention des maladies de peau, des troubles oculaires et de certains cancers **(A E Kurian et *al.,* 2021).** Les graines de citrouille, également appelées pepitas, sont plates, de couleur vert foncé, et entourées d'une coque jaune-blanchâtre **(Younis *et al.,* 2000).**

2.2. Description botanique

La majorité des Cucurbitacées sont des herbacées annuelles ou vivaces, et environ 50 % des espèces sont monoïques, les 50 % restants étant dioïques **(Kocyan *et al.,* 2007 ; Schaefer et Renner, 2011b)**. Toutes les cultures majeures sont cultivées pour leur fruit, un type particulier de baie appelé « péponide », consommé soit mûr (par exemple, la citrouille), soit immature (par exemple, la courgette), cru (la pastèque), cuit (les courges), ou mariné (les cornichons). *Cucurbita pepo L.* est la seule culture majeure également cultivée pour ses graines et l'huile qui en est extraite **(Chomicki *et al.,* 20 20).**

Cucurbita pepo L. est une plante annuelle et l'une des plantes oléagineuses les plus importantes de la famille des Cucurbitacées **(Zarei *et al.,* 2016)**, il s'agit d'une plante grimpante ou rampante à cycle journalier, dont la tige peut dépasser 10 mètres de long. Elle est annuelle, monoïque, et dotée d'une racine vivace à courte durée de vie **(Hosen *et al.,* 2021).**

La famille des Cucurbitacées présente une grande diversité de systèmes reproductifs. La reproduction monoïque est le système reproductif le plus courant, où les composantes sexuelles mâles et femelles des fleurs sont produites sur la même plante. Les Cucurbitacées possèdent à la fois des fleurs hermaphrodites (complètes) et des fleurs staminées (stériles, femelles ou mâles) sur la même plante **(Chomicki G *et al.,* 2020).** Les fleurs mâles se distinguent des fleurs femelles (Figure 1) par leur couleur, leur structure et leur croissance. Les fleurs femelles sont plus allongées (6–12 cm) que les fleurs mâles (3–5 cm), et la couleur des deux types varie du jaune à l'orange pâle. Leur répartition est influencée par la disponibilité en eau, les précipitations, l'irrigation et les habitudes alimentaires locales **(Hosen *et al.,* 2021).**

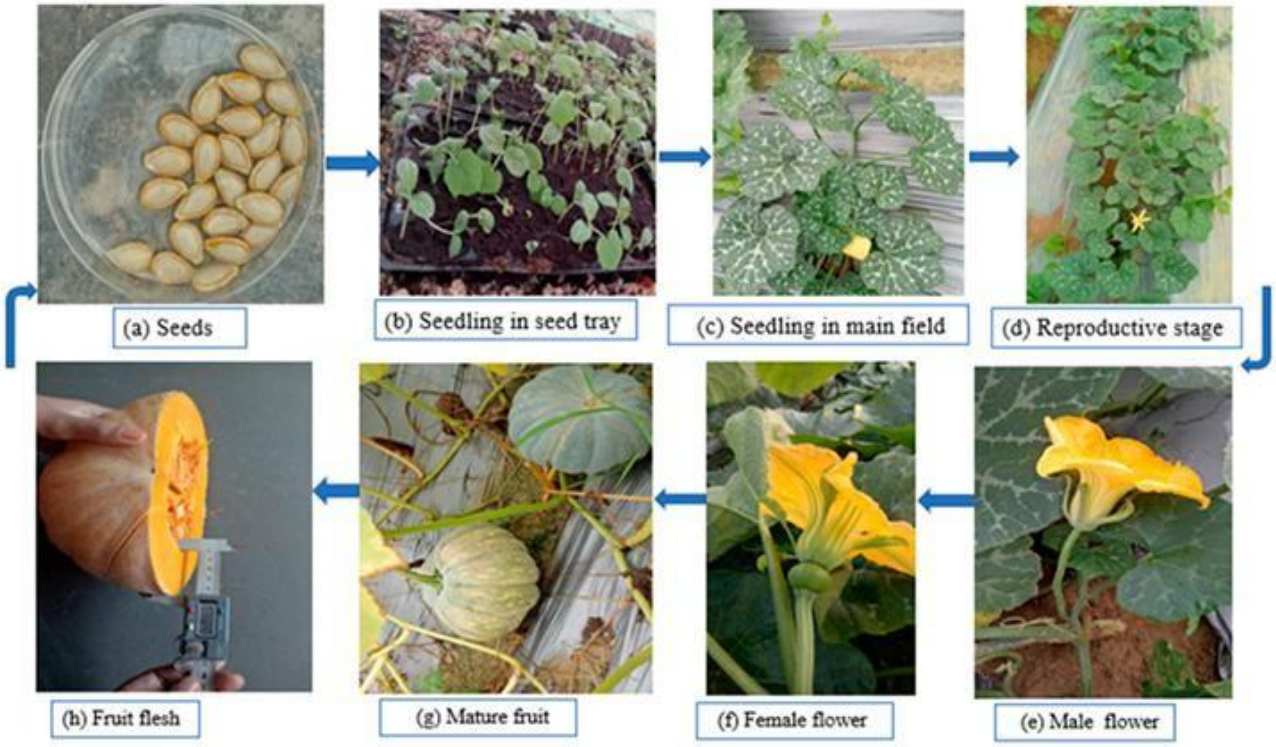


Figure 1 : Différents stades de croissance et de développement de la citrouille

(Hosen *et al.*, 2021).

Note : (a) Graine, (b) Plantule en plateau, (c) Plantule en conditions de champ, (d) Stade reproductif, (e) Fleur mâle, (f) Fleur femelle, (g) Fruits matures, et (h) Chair des fruits.

2.3. Systématique de la citrouille

D'après **Mukherjee et Pal (2021)**, la citrouille fait partie de :

- **Règne :** Plantae
- **Sous-règne :** Tracheobionta
- **Division :** Magnoliophyta
- **Classe :** Magnoliopsida
- **Ordre :** Violales
- **Famille :** Cucurbitaceae
- **Genre :** *Cucurbita L.*
- **Espèce :** *Cucurbita pepo L.*

2.4. Production de la citrouille

2.4.1. Dans le monde

Les citrouilles et courges sont cultivées à l'échelle mondiale sur environ 3 millions d'hectares, produisant 27,832 millions de tonnes. République populaire de Chine est le plus grand producteur de citrouilles au monde avec 7 439 924,26 tonnes de production par an, suivie par l'Inde avec la production annuelle de 5 203 113,51 tonnes. Avec 1 314 540 tonnes de production par an, Ukraine est le troisième producteur dans le monde. La Turquie se classe au dixième rang avec environ 0,6 million de tonnes pa an, la France, avec 410 360 tonnes de production par an est classé à 15éme **(FAOSTAT 2021).**

2.4.2. En Algérie

En Algérie, la citrouille locale (*Cucurbita pepo L.*) est largement cultivée dans plusieurs grandes zones de culture (Biskra, Ourgla) depuis de nombreuses décennies et peut être considérée comme l'une des principales cultures maraîchères **(Benalia *et al.*, 2015).** La production selon la FAOSTAT 2022 est de 400490.25 tonnes **(FAOSTAT, 2022).**

2.5. Usages thérapeutiques de la citrouille selon leur composition chimique

Les membres de la famille des Cucurbitacées jouent un rôle multifonctionnel dans la vie humaine et animale. La citrouille a été traditionnellement utilisée pour soigner de nombreuses maladies et dans la préparation de médicaments. Grâce à la présence de nutriments et de phytocomposés, elle est considérée comme un aliment à la fois nutritionnel et médicinal **(Ahmad et Khan, 2019).**

La citrouille est un produit agricole qui contient une forte teneur en pectine, en substances bioactives, en bêta-carotène, en vitamine A, en vitamine E (tocophérol), ainsi que d'autres vitamines comme la B6, K, C, la thiamine et la riboflavine, en plus de plusieurs minéraux (potassium, phosphore, magnésium, fer et sélénium). Sa haute teneur en fibres alimentaires (pectine) permet de : Contrôler le taux d'insuline sérique, réduire la glycémie, améliorer la tolérance au glucose, et offrir une protection contre certaines maladies telles que le diabète, les maladies cardiovasculaires, la constipation et le cancer du côlon **(Rakcejeva *et al.*, 2011 ; Adams *et al.*,2011).**

Ces composants sont associés à une large gamme d'effets pharmacologiques, notamment : Antihyperlipidémique, Antiviral, Anti-inflammatoire, Immunomodulateur, Antihypertenseur, Antimicrobien, Antioxydant. Grâce à ce spectre d'activités bioactives, la citrouille est de plus en plus reconnue comme un « aliment pharmaceutique », c'est-à-dire un aliment aux propriétés médicinales. Dans le contexte post-COVID-19, où l'accent est mis sur le renforcement de l'immunité et la santé métabolique, la consommation régulière d'aliments fonctionnels comme la citrouille pourrait jouer un rôle clé dans le développement de populations en meilleure santé à l'échelle mondiale **(Ashiq *et al.,* 2023).**

Des barres nutritionnelles pour renforcer l'immunité, composées de graines de citrouille, de lin et de tournesol, ont été développées pour les athlètes, et se sont révélées très efficaces contre le virus responsable de la pandémie de COVID-19 **(Mishra et Singh, 2021).**

Le fruit de *Curcubita pepo L.* est principalement constitué de pulpe et de graines. Il contient une quantité notable d'acides aminés, essentiels pour les fonctions physiques et mentales. Parmi ceux-ci, la lysine est l'acide aminé essentiel le plus abondant, tandis que l'acide glutamique prédomine parmi les non essentiels **(Takahashi *et al.,* 2011).**

Les graines sont particulièrement riches en huile, dominée par quatre acides gras principaux : palmitique, stéarique, oléique et linoléique. Cette richesse en lipides confère aux produits une meilleure stabilité de conservation grâce à une réduction de la détérioration microbienne **(Sicilia *et al.,* 2003).** Des extraits de citrouille ont également montré des activités antimicrobiennes contre diverses souches de bactéries et de champignons **(Singh et Kumar, 2022).** Ils sont consommés pour leurs effets antidiabétiques, antifongiques, antibactériens, anti-inflammatoires et antioxydants. Les graines de citrouille consommées fraîches ou rôties agissent comme un anthelminthique et réduisent l'incidence des calculs vésicaux **(Ahmad et Khan, 2019).**

L'huile de citrouille est impliquée dans le traitement de la diarrhée infantile. D'autres avantages de la consommation d'huile de citrouille ont été rapportés en Corée pour le traitement de la dépression. Les Japonais ont signalé une forte consommation d'huile de graines de citrouille, qui fournit de la vitamine E (tocophérol) dans leur alimentation quotidienne **(Dar *et al.,* 2017).**

Des études récentes montrent que l'activité anticancéreuse est due à la présence de cucurmosine. La cucurmosine est une nouvelle protéine de type 1 inhibitrice des ribosomes (RIP) isolée de la partie charnue de la citrouille. En raison de sa cytotoxicité, la cucurmosine peut inhiber la prolifération des cellules tumorales par induction de l'apoptose des cellules tumorales, mais le mécanisme spécifique reste encore incertain **(Zhang *et al.*, 2012).**

Les troubles hépatiques, l'ulcère gastrique, les saignements gastro-intestinaux et différents types de blessures, y compris les brûlures, pourraient être améliorés par la consommation d'écorce de citrouille en raison de sa nature fraîche et humide **(Aghili M.H, 2009).**

Une étude récente a évalué l'usage thérapeutique et l'innocuité d'un extrait de graines de citrouille dans un essai clinique multicentrique impliquant 2 245 patients souffrant d'HBP. Les symptômes urinaires ont été mesurés à l'aide de l'échelle de symptômes prostatiques internationale (I-PSS) selon l'Association américaine d'urologie, et l'impact sur la qualité de vie a été évalué par un questionnaire dédié. Les patients ont été traités avec des gélules contenant 500 mg d'un extrait de graines de citrouille. L'I-PSS a diminué de 41,4 %, et la qualité de vie s'est améliorée de 46,1 % pendant le traitement. Plus de 96 % des patients n'ont présenté aucun effet secondaire lié au traitement **(Younis *et al.*, 2000).**

2.6. Usages culinaire

La citrouille est utilisée comme aliment fonctionnel et comme source de phytonutriments précieux. La littérature est riche en publications qui confirment les propriétés bénéfiques pour la santé de la citrouille et de ses dérivés. Les graines de citrouille, combinées avec graines de lin, flocons d'avoine et cacahuètes, ont été utilisées dans permettant de tirer parti des fibres présentes dans les graines de citrouille et de lin. **(A E Kurian *et al.*, 2021).**

Bien que la citrouille ne soit pas encore largement utilisée dans l'industrie alimentaire, elle est consommée dans les foyers du monde entier dans des plats tels que le pain à la citrouille, la soupe, la tarte, etc. Les fruits sont consommés comme légumes ou desserts, et les graines comme fruits secs et, dans une moindre mesure, comme huile de cuisson **(Idouraine *et al.*, 1996).**

Dans le sud-est du Nigéria, la citrouille est principalement cultivée pour ses feuilles et sa pulpe comestible. Les graines sont moins utilisées mais sont parfois consommées comme

collation après avoir été grillées. Ainsi, les graines sont souvent jetées, à l'exception de celles conservées pour la saison de plantation suivante **(Christian *et al.,* 2020).**

La citrouille peut être transformée en farine, ce qui prolonge sa durée de conservation. La farine de citrouille est appréciée pour sa saveur agréable, sa douceur naturelle et sa couleur jaune-orangé intense. Elle est utilisée pour enrichir les farines de céréales dans la boulangerie (gâteaux, biscuits, pains), mais aussi dans les soupes, sauces, nouilles instantanées, mélanges d'épices, ainsi que comme colorant naturel dans les pâtes alimentaires et mélanges de farines, comme substitut partiel des céréales **(A E Kurian *et al.*,2021).** L'incorporation de farine de graines de citrouille dans le pain de mie peut augmenter la valeur nutritionnelle et fonctionnelle du produit final.

2.7. Le séchage

Le terme "séchage" désigne généralement l'opération par laquelle l'humidité présente dans un matériau s'évapore en raison de la chaleur et de l'échange de matière entre le produit et le milieu de travail. Les fruits frais ont une teneur en humidité élevée, ce qui les classe parmi les denrées hautement périssables ; par conséquent, leur conservation nécessite des températures réfrigérées et des conditions d'humidité contrôlées **(Orsat *et al.,* 2006).**

Les fruits sont de riches sources de nutriments, notamment des vitamines, des minéraux, des fibres alimentaires, des phénoliques, des caroténoïdes, etc., bénéfiques pour la santé humaine. Le séchage est une méthode alternative pour préserver la valeur nutritionnelle des fruits, augmentant leur concentration relative, prolongeant leur durée de conservation et réduisant les coûts d'emballage, de manutention et de transport **(Ratti C, 2009).** De plus, le séchage constitue une alternative à la gestion coûteuse de l'après-récolte et à la vente des surplus de fruits sur le marché.

Le plus grand défi dans le traitement des produits frais est la perte subséquente de nutriments. Les pertes réelles dépendent de divers facteurs tels que le type d'aliment, la température et le temps de cuisson. Presque toutes les méthodes de préparation et de conservation des aliments entraînent des pertes. Le séchage a été reconnu comme la technique de traitement la plus utile pour prolonger la qualité de conservation des aliments solides, y compris les légumes. Les transformateurs alimentaires et les nutritionnistes doivent trouver

des moyens de minimiser les pertes nutritionnelles sans compromettre la santé des consommateurs **(Kiharason *et al.*, 2017).**

Le séchage des fruits par des méthodes conventionnelles, telles que le séchage au soleil ou à l'air libre, peut dégrader la qualité et la sécurité alimentaire. Les nombreux inconvénients de ces technologies ont conduit au développement de nouvelles techniques, telles que le séchage au four, au micro-ondes, sous vide, ainsi que le séchage infrarouge, par lyophilisation et divers procédés hybrides, qui sont utilisés avec succès pour différents types de fruits **(Çoklar et Akbulut, 2017).** Chaque technique de séchage dépend de divers facteurs, tels que le type de produit requis, la taille, le degré de maturité, la structure, la couleur, l'arôme, la composition chimique, la composition nutritionnelle, ainsi que la qualité finale attendue, la disponibilité d'un séchoir et les coûts.

Sette *et al.*, 2016 ont étudié l'application de l'infusion humide et sèche comme prétraitement au séchage à l'air et par lyophilisation sur les propriétés physiques des framboises. Les échantillons prétraités et lyophilisés présentaient une fermeté plus élevée et une déformabilité plus faible par rapport à ceux séchés à l'air. De plus, la réduction de volume la plus importante a été observée après le séchage à l'air, tandis que les échantillons lyophilisés montraient un retrait de 11 %.

Actuellement, le séchage à l'air chaud est la méthode la plus largement utilisée dans la technologie post-récolte des produits agricoles. Cette méthode permet de produire rapidement un produit séché plus uniforme, hygiénique et de couleur attrayante **(Henriques *et al.*, 2012).**

Méthodologie

Des fruits de citrouille polyvalents d'une seule variété locale ont été cultivés dans des conditions uniformes sur une parcelle. Les fruits mûrs ont été récoltés avec leur pédoncule intact et stockés sur une étagère surélevée dans une pièce ventilée. Les fruits ont été lavés, pelés, tranchés, les graines ont été retirées et jetées. Les tranches ont été coupées uniformément à 2,5 cm de longueur par 0,5 cm de largeur. Des tranches pesant 250 g ont été blanchies en les plongeant rapidement dans de l'eau bouillante pendant 1 minute. Comme l'immersion des tranches abaissait la température de l'eau bouillante, le chronométrage du blanchiment commençait après que l'eau recommençait à bouillir. Les morceaux blanchis ont

été égouttés et refroidis à l'eau courante du robinet pendant une minute supplémentaire, puis essuyés avec du papier absorbant. Ils ont ensuite été soumis au séchage, avec un pesage toutes les trois heures jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Les tranches de fruits de citrouille séchées ont été broyées à l'aide d'un moulin revêtu de téflon, puis tamisées pour obtenir une poudre fine et uniforme **(Workneh *et al.*, 2012).**

2.7.1 .Les avantages de séchage

Selon **Nguyen T. H, (2015),** les avantages du procédé de séchage sont les suivants :

- La simplicité de la méthode avec généralement un bon rendement.
- L'universalité du procédé, accessible à tous, y compris pour les particuliers.
- Une durée de conservation des aliments déshydratés qui peut être de plusieurs mois.
- La désactivation des enzymes responsables de la dégradation des aliments.
- L'inhibition de la croissance des micro-organismes grâce à la réduction de l'activité d'eau.
- Sa capacité à être utilisée à des fins commerciales permettant de limiter les pertes de récoltes.
- La diminution des coûts financiers et environnementaux liés au transport des marchandises en raison de la réduction massique.

2.7.2. Les inconvénients du séchage

Comme tous les traitements thermiques, le séchage peut entraîner, en particulier, des pertes d'arômes, de vitamines et de pigments, des réactions de brunissement, des durcissements superficiels, des modifications irréversibles de texture et donc de capacité à la réhydratation, des pertes de constituants volatils et la modification de la répartition de l'humidité dans le produit. En général, le séchage a globalement moins d'inconvénients que d'autres procédés de conservation (appertisation, congélation ou traitement aseptique). Le séchage des fruits, des légumes et des épices reste encore une méthode très répandue de conservation de ces aliments**.**

2.7. 3. Impact du séchage convectif sur la qualité de la citrouille

Le séchage convectif, couramment utilisé pour la déshydratation des fruits et légumes, entraîne inévitablement des altérations de la qualité du produit final. Pour la citrouille, ce procédé peut engendrer une diminution notable de la teneur en eau, une perte partielle de composés bioactifs sensibles à la chaleur tels que les caroténoïdes et la vitamine C, ainsi qu'une modification de la couleur due à l'oxydation et aux réactions de brunissement enzymatique ou non enzymatique. De plus, des changements de texture peuvent apparaître, affectant la capacité de réhydratation de la poudre obtenue. Toutefois, bien contrôlé, le séchage convectif reste une méthode simple et efficace pour prolonger la durée de conservation de la citrouille tout en réduisant les coûts liés au transport et au stockage.**(Doymaz, 2010)**

2.7.4. Importance de séchage convectif

Le séchage convectif est l'une des méthodes les plus utilisées dans l'industrie agroalimentaire pour la conservation des fruits, légumes, plantes médicinales et autres produits périssables. Il repose sur le transfert de chaleur par convection d'un flux d'air chaud sur la surface du produit, entraînant l'évaporation de l'eau. Ce procédé présente l'avantage d'être relativement simple, économique, facilement contrôlable et adaptable à une grande variété de matières premières. Dans le cas des produits végétaux comme la citrouille, il permet de préserver certaines propriétés fonctionnelles tout en assurant une réduction rapide de la teneur en eau, limitant ainsi les pertes post-récolte. De plus, la possibilité d'automatiser et de moduler les conditions du séchage (température, vitesse d'air, temps) permet d'optimiser la qualité finale du produit, en particulier lorsqu'il est destiné à être réduit en poudre ou incorporé dans des formulations alimentaires **(Doymaz İ, 2012)**

Chapitre III

Effet des propriétés techno- fonctionnelle sur les produits alimentaires

3.1. Définition des propriétés techno-fonctionnelles

Les propriétés techno-fonctionnelles désignent l'ensemble des caractéristiques physicochimiques intrinsèques d'un ingrédient qui influencent son comportement dans les systèmes alimentaires au cours de la fabrication, du stockage et de la consommation. Les constituants biochimiques, tels que les protéines, l'amidon et les fibres, jouent un rôle clé dans la définition des propriétés techno-fonctionnelles d'une matrice alimentaire **(Farooq Z et Boye J. I, 2011).**

3.2. Classification des propriétés techno-fonctionnelles

D'après l'Institut français pour la nutrition (1997), les propriétés techno-fonctionnelles des matrices alimentaires peuvent être regroupées en trois catégories selon les interactions impliquées :

- **Les propriétés liées à l'hydratation**, comme la solubilité ou la capacité de rétention d'eau, qui dépendent des interactions entre les composants biochimiques et l'eau.
- **Les propriétés inter-faciales**, incluant les interactions protéines-lipides et protéines-air, notamment les capacités moussantes et émulsifiantes.
- **Les propriétés de texturation**, telles que la gélification, influencées principalement par les interactions protéines-protéines et protéines-amidon.

Les propriétés techno-fonctionnelles majeures des fractions de légumineuses incluent la rétention d'eau, la rétention d'huile, la solubilité des protéines, les capacités moussantes et émulsifiantes, ainsi que le pouvoir gélifiant. Ces caractéristiques déterminent la qualité sensorielle et nutritionnelle des produits alimentaires **(Boye J.I *et al.*, 2010).**

3.3. La capacité d'émulsification et son importance dans la panification

3.3.1. Définition

Le terme émulsion désigne un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Autrement dit, l'émulsion est une dispersion colloïdale composée de gouttelettes d'une phase dispersée dans une autre phase qui sont naturellement immiscibles. Plusieurs aliments peuvent être classés comme étant des émulsions, en l'occurrence, lait, crème glacée, yaourt,

fromage, boisson, formulations infantiles, mayonnaise, vinaigrette, beure et margarine **(McClements D. J, 2009).**

Les émulsions sont thermodynamiquement instables, vu l'existante d'une énergie libre positive, due au contact des deux phases (eau et huile) immiscibles. Cette énergie libre se manifeste sous forme de forte tension interfaciale (γ). En fait, les molécules d'eau peuvent former des fortes liaisons hydrogène entre elles, mais non pas avec les molécules de graisse. Par conséquent, les deux phases ont tendance à minimiser la surface de contact entre elles, ce qui se traduit par la coalescence, et par la suite, la démixtion des deux phases. A cet égard, un agent émulsifiant est nécessaire pour stabiliser les émulsions **(Ladjal Ettoumi Y, 2016).**

3.3.2. Composants majeures des émulsions

Toutes les émulsions se composent essentiellement d'une phase grasse lipophile (huileuse, ou organique) et une phase aqueuse hydrophile, dispersées l'une dans l'autre grâce à un agent émulsifiant. Ces trois composantes interagissent physiquement et chimiquement entre elles pour déterminer les propriétés et la stabilité de l'émulsion.

a. **Phase grasse**

La phase grasse est composée généralement des huiles avec des molécules apolaires, telles que les glycérols, acides gras libres, phospholipides, huiles essentielles et cires. Les propriétés physicochimiques de la graisse utilisée, telles que, la viscosité, la densité, la rhéologie, la tension interfaciale, jouent un rôle important dans la détermination des propriétés, de la stabilité et de la durée de vie du produit (émulsion). La phase grasse est aussi responsable de la solubilité des molécules apolaires, telles que les vitamines, les caroténoïdes. Elle représente la majeure partie nutritive dans les émulsions alimentaires **(Ma et Boye, 2013).**

b. Phase aqueuse

La phase aqueuse est principalement de l'eau, mais, elle peut contenir des substances hydrosolubles (minéraux, vitamines, antioxydants, colorants, polysaccharides et protéines) **(Ma et Boye, 2013).** Les propriétés physicochimiques de la phase aqueuse, telles que, le pH, la force ionique, la polarité, la tension superficielle, la rhéologie, la densité, influencent

vigoureusement les propriétés et la stabilité de l'émulsion **(McClements, 2011).** Le rapport des deux phases (aqueuse et grasse) est aussi un paramètre très important.

c. Emulsifiants

Un agent émulsifiant ou émulsionnant est une molécule suractivé capable d'adsorber aux interfaces huile-eau, facilitant ainsi la formation des gouttes, tout en empêchant leur agrégation **(McClements,2011).** Les émulsifiants facilitent le phénomène de dispersion en abaissant la tension inter-faciale, et stabilisent le système dispersé en inhibant les phénomènes de fusionnement, par la formation d'un film autours des gouttelettes **(Ma et Boye, 2013).**

Elles sont des molécules tensioactives, composées de deux pôles, l'un hydrophobe (apolaire) et l'autre hydrophile (polaire). De par leur nature amphiphile, les émulsifiants ont tendance de s'accumuler sur les interfaces huile-eau des émulsions. Un bon émulsifiant est celui qui adsorbe le plus rapidement possible à l'interface pour couvrir les gouttelettes formées par homogénéisation avant qu'elles se fusionnent, en formant un film viscoélastique suffisamment puissant, pour maintenir les gouttelettes séparées par ses propriétés physiques (élasticité, rigidité) et électriques (charge). Il doit être efficace à l'abaissement de la tension inter-faciale **(McClements et Piorkowski, 2014).**

3.3.3. Importance de la capacité d'émulsification dans la panification

La capacité d'émulsification des ingrédients joue un rôle essentiel dans l'amélioration de la qualité des produits de panification. Les émulsifiants permettent une meilleure incorporation de l'air et stabilisent les bulles de gaz durant la fermentation et la cuisson, ce qui se traduit par une augmentation du volume du pain et une mie plus homogène. De plus, ils améliorent la texture, retardent le rassissement et prolongent la durée de conservation en limitant la rétrogradation de l'amidon. Par conséquent, l'ajout d'agents ayant une bonne capacité d'émulsification constitue une stratégie efficace pour optimiser la structure et les qualités sensorielles du pain et des produits de boulangerie **(Krog, 1981 ; Stampfli et Nersten, 1995 ; Azizi et Rao, 2004).**

3.4. Optimisation des formulations par les plants de mélange

Dans une expérience de mélange, les facteurs indépendants sont des proportions des différents composants d'un mélange (voir figure 2). Par exemple, si vous souhaitez optimiser la résistance à la traction de l'acier inoxydable, les facteurs d'intérêt peuvent être les proportions de fer, de cuivre, de nickel et du chrome dans l'alliage. Le fait que les proportions des différents facteurs doivent totaliser 100% rend impossible l'utilisation des plans d'expériences ordinaires déjà vus **(Creighton et Goupy, 2006).**

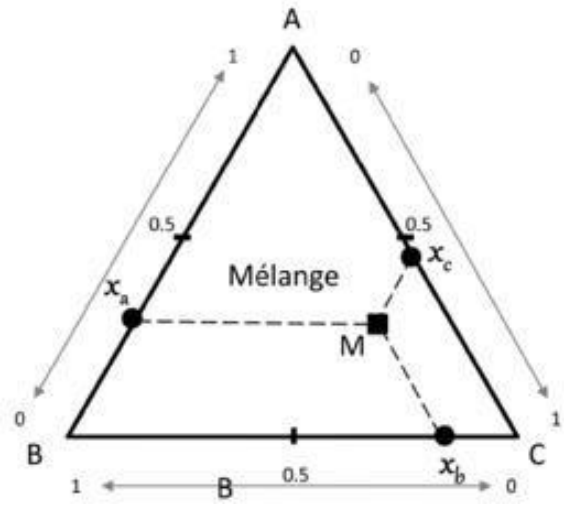


Figure 2 : Valeurs des composants dans un plan de mélange

3.4.1 Types des plans de mélange

Lorsque les composants du mélange sont soumis à la contrainte qu'ils doivent s'additionner, il existe des plans de mélange standard pour l'ajustement, telles que les Plans de Mélange en Réseaux et les plans de Mélange Centrés. Lorsque des composants de mélange sont soumis à des contraintes supplémentaires, telles qu'une valeur maximale et/ou minimale pour chaque composant, des plans autres que les plans de mélange standard, appelées plans de mélange contraints ou Plans Sommets Extrêmes, sont appropriés. Pour évaluer le manque d'ajustement, une estimation de l'erreur pure est nécessaire. Cette estimation provient de la réplication de plusieurs points du plan (Cette réplication peut être appliquée aussi sur des points ajoutés à un plan standard tels que les points axiaux et le point central) **(Myers *et al.*, 2009)**

3.4.1.1 Plans de mélange en réseau

Un Plan de Mélange en Réseau (q, m) pour q composants est constitué de points définis par les paramètres de coordonnées suivants : les proportions assumées par chaque composant prennent les m + 1 valeurs également espacées de 0 à 1 **(Bingham N.H et Fr .J.M, 2010).**

X = 0,1/m, 2/m, 1 pour i = 1, 2, et toutes les combinaisons possibles (mélanges) des proportions de cette équation sont utilisées. À l'exception du centre, tous les points du plan se trouvent sur les limites du simplexe.

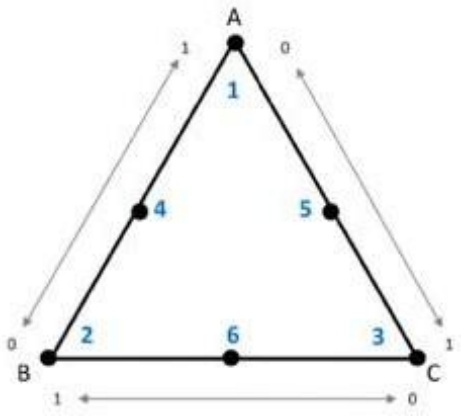


Figure 3 : Plan de mélange en réseau (3,2)

3.4.1.2 Plans de mélange centrés

Un deuxième type de plan de mélange est le plan de mélange centré. Dans le plan de mélange centré à q composants, le nombre de points distincts est 29-1 points ou mélanges, ces points sont organisés de la manière suivante **(Minitab Inc., 2019).**

- q composants purs : q permutations de (1,0, 0, 0…, 0).
- Mélanges binaires à proportions $\binom{}{2}$ Permutations de (1/2, 1/2, 0, 0..., 0).

  Mélanges ternaires à proportions égales $\binom{}{3}$Permutations de (1/3, 1/3, 1/3, 0, 0).
- Un mélanges q-aire avec des proportions égales (1/4, 1/q, 1/q, ..., 1/q).

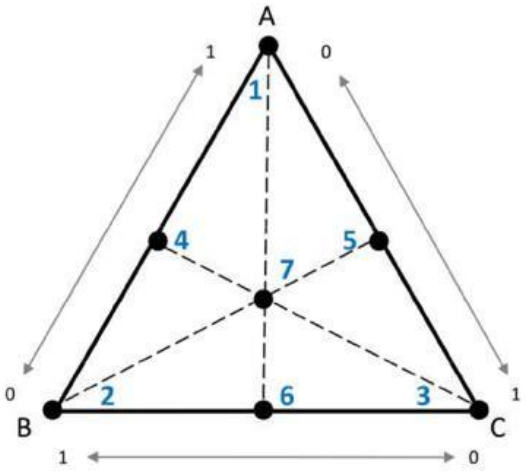


Figure 4:plant de mélange centré à 3 composants

3.4.1.3 Plans de mélange contraints (Sommets extrêmes)

Les plans de sommets extrêmes sont des plans de mélange qui couvrent uniquement une sous-partie ou un espace plus petit dans le simplex. Ces plans doivent être utilisés lorsque l'espace du plan choisi n'est pas lui-même un plan simplex. La présence de contraintes de limite inférieure et supérieure sur les composants crée souvent cette condition. Les contraintes sont de la forme $I_i \leq x_i \leq S_i$, (i = 1, 2, q) avec $_{Ii} \leq x_i \leq S_i$, i = 1, 2, ..., q, où I_i est la limite inférieure du i^{eme} composant et S_i la limite supérieure du i^{eme} composant. La forme générale d'un problème de mélange contraint (Plan de sommets extrêmes) est :

$$X_1 + X_2 + ... + Xq = 1$$

$$I_i \leq X_i \leq S_i \text{ pour } i = 1, 2, q \text{ Avec : } I_i \geq 0 \text{ et } S_i \leq 1$$

Par exemple, vous devez déterminer les proportions de la farine, du lait, de la levure chimique, d'œufs et d'huile dans un mélange à crêpes qui donneront un produit optimal à base de goût. Comme les expériences précédentes indiquent qu'un mélange ne contenant pas tous les ingradients ou contenant trop de levure chimique ne répondra pas aux exigences de la saveur, vous décidez de limiter le plan en définissant des limites inférieures et supérieures. **(Myers et Montgomery, 1995))**

L'objectif d'un plan de sommets extrêmes est de choisir des points du plan qui couvrent de manière adéquate l'espace du plan. La figure suivante montre les sommets extrêmes d'un plan à trois composants avec des contraintes supérieures et inférieures :

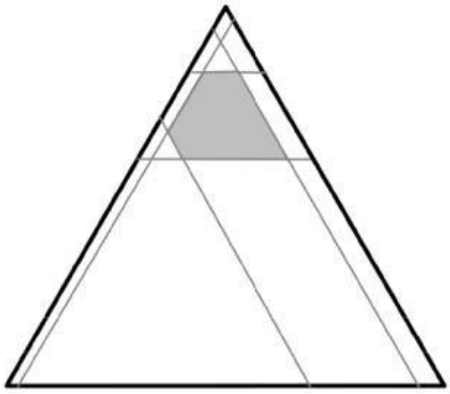


Figure 5: Limites inférieures et supérieures dans un plan de mélange contraint

Plusieurs auteurs ont utilisé des plans de mélange pour optimiser les formulations de différents types de pains. Dans le but d'optimiser la formulation d'un pain à base d'un mélange de farine et de poudre de citrouille, **Codina et al. (2017)** ont utilisé un plan de mélange de type D-optimal pour améliorer la porosité, l'élasticité et le rapport H/D (hauteur/diamètre). La formulation optimale obtenue est composée de 78,3 % de farine et de 15 % de poudre de citrouille.

De leur côté, **Santos et al. (2018)** ont appliqué un plan de mélange de type simplex-centroid pour optimiser les qualités nutritionnelles et sensorielles d'un pain sans gluten. Le mélange contenant 75 % de farine de blé et 25 % de farine de citrouille a donné les meilleurs résultats pour développer un pain sans gluten présentant une bonne qualité nutritionnelle et sensorielle.

Enfin, **Chikpar et al. (2023)** ont étudié l'incorporation de farine de blé, de patate douce et de citrouille pour optimiser le procédé de fabrication à l'aide d'un plan de mélange de type D-optimal. La formulation optimale comprenait 78 % de farine de blé, 11,5 % de farine de patate douce et 10 % de farine de citrouille. Ces auteurs ont obtenu un pain présentant de bonnes qualités fonctionnelles.

Partie 2

Matériels et méthodes

1. Matériel végétal et la préparation du pain

1.1. Préparation de la poudre de citrouille par un séchage

Une citrouille (*Cucurbita pepo L.*) récoltée dans la région de Blida a été sélectionnée comme matériel végétal pour les besoins de l'expérimentation. Le spécimen utilisé avait un poids initial de 4 kg avant tout traitement.

Dans un premier temps, la citrouille a été lavée soigneusement à l'eau potable afin d'éliminer les impuretés superficielles telles que la peau, les résidus de pulpe et toute matière étrangère pouvant altérer le processus de transformation. Après le lavage, la chair de citrouille a été découpée en petits morceaux réguliers d'environ 2 mm de diamètre afin de faciliter un séchage homogène. Ces morceaux ont ensuite été placés dans un déshydrateur à convection, réglé à une température constante de 60 °C.

Le séchage s'est poursuivi pendant une durée de 4 heures, dans le but de réduire significativement la teneur en eau du produit tout en préservant au maximum ses propriétés physico-chimiques.

À l'issue du séchage, les morceaux ont été laissés à l'air libre, à température ambiante, pendant 30 minutes pour permettre une stabilisation thermique. Ce refroidissement progressif évite les chocs thermiques susceptibles d'altérer la qualité finale de la poudre. Une fois refroidis, les échantillons ont été broyés à l'aide d'un moulin électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. À partir des 4 kg de citrouille fraîche initialement utilisés, une masse finale de 320 g de poudre de citrouille a été obtenue, ce qui correspond à un rendement de 8 %.

Enfin, la poudre obtenue a été conditionnée dans des bocaux en verre hermétiquement stériles pour assurer une bonne conservation **(Annexe 1)**

1.2. Préparation du pain à base de la poudre de citrouille

Notre pain est préparé d'après la méthode de **Kohajdová et Karovičová (2007)** avec quelques modifications **(Annexe 2).**

Tableau 2: Les ingrédients de pain à base de citrouille

Ingrédients	Contrôle (0 %)	1,5 %	2,5%
Farine de blé	300 g	295,45 g	292,45 g
Poudre de citrouille	0 g	4,5 g	7,5 g
Gomme de xanthane	0,05 g	0,05 g	0,05 g
Huile végétale	7 g	7 g	7 g
Levure boulangère	12 g	12 g	12 g
Sel	6 g	6 g	6 g
Sucre	4 g	4 g	4 g
Eau tiède	215ml	208ml	205ml

2 . Analyses physico-chimiques de la poudre de citrouille

2.1. Détermination de l'acidité titrable (llkayet Aziz, 2011)

L'acidité titrable est déterminée par titration d'un extrait aqueux de poudre de citrouille avec une base forte NaOH (0,1 N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur. Le mode opératoire est détaillé en **(Annexe 3)**

L'acidité titrable est calculée d'après la formule suivante:

$$\textbf{\textit{Acidité}}\ (\%) = \frac{\boldsymbol{N \times V1 \times V2}}{\boldsymbol{V0}} \times \frac{\boldsymbol{100}}{\boldsymbol{m}}$$

N: Normalité de la soude utilisée ;

V1: Volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium ;

M : Masse en gramme de produit prélevé ;

V2: Volume final de la solution dans la fiole jaugée (250ml) ;

Vo: Volume en millilitres de la prise d'essai aliquote de la solution.

2.2. Détermination de la teneur en eau (AOAC, 2000)

La teneur en eau correspond à la quantité d'eau contenue dans un produit, généralement exprimée en pourcentage de la masse totale. Dans le cas des poudres alimentaires comme la poudre de citrouille, cette donnée est essentielle, car elle influence la durée de conservation, la stabilité microbiologique, et la qualité nutritionnelle du produit. La méthode est détaillée en **(Annexe 4)**

La teneur en eau exprimée en pourcentage en masse du produit telle qu'elle est donnée par la formule suivante :

$$\frac{m1 - m2}{m1 - m0} \times 100$$

Où:

- m_0: La masse du creuset vide ;
- $m1$: La masse du creuset + échantillon avant séchage ;
- $m2$: La masse du creuset + échantillon après séchage.

2.3. Dosage du taux de cendres par incinération (IANOR, 2016)

Est une méthode essentielle pour évaluer la teneur en matières minérales totales dans des produits alimentaires tels que la poudre de citrouille, conformément à la norme algérienne NA 15204 (2008). Cette analyse consiste à incinérer un échantillon préalablement pesé dans un creuset, à une température de 550 °C ± 25 °C dans un four à moufle, pendant 4 à 6 heures. La matière organique est totalement détruite, ne laissant que les résidus minéraux (Les cendres). Après refroidissement dans un dessiccateur, la masse des cendres est déterminée, et le taux de cendres est calculé en pourcentage de la masse sèche de l'échantillon. L'échantillon a été analysé en suivant le protocole détaillé dans **(Annexe 5)**

Le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière sèche exprimé en pourcentage, est donné par l'équation suivante :

$$(m2 - m1)\frac{100}{m0} * \frac{100}{100 - Wm}$$

Où :

m0: Est la masse en grammes de la prise d'essai ;

m1: Est la masse en grammes du creuset d'incinération ;

m2: Est la masse en grammes du creuset d'incinération et du résidu d'incinération ;

Wm : Est la teneur en eau en pourcentage par masse.

2.4. Dosage des protéines totales (Méthode de Kjeldahl, AOAC 2000)

Le dosage des protéines dans la poudre de citrouille, repose généralement sur la méthode de **Kjeldahl**, reconnue pour sa précision dans la détermination de l'azote total, base du calcul de la teneur en protéines. Cette méthode consiste à digérer l'échantillon avec de l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, transformant l'azote organique en ion ammonium. Ce dernier est ensuite distillé sous forme d'ammoniac, puis recueilli dans une solution acide et titré. Le taux d'azote obtenu est multiplié par un facteur de conversion (généralement 6,25) pour obtenir la teneur en protéines brutes.

La teneur en protéine a été déterminée en suivant le protocole décrit dans **(Annexe 6).**

La teneur en protéines est exprimée en g pour 100g de matière sèche par la formule Suivante :

$$N\% = \frac{(v1 - v2) \times T \times 0.014 \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

Avec:

m: Poids de la prise d'essai exprimé en g

V1: Volume en ml d'acide sulfurique (H2SO4, 0,1N) utilisé dans le titrage.

V2: Volume en ml d'acide sulfurique utilisé dans l'essai à blanc

H: Taux d'humiditéLe pourcentage de protéines s'obtient en multipliant la quantité d'azote par le facteur (6,25).

% = % × .

2.5. Dosage de matière grasse par extraction solide-liquide Soxlhet (IANOR, 2001)

Le dosage des matières grasses dans la poudre de citrouille selon les normes algériennes s'effectue généralement par extraction solide-liquide à l'aide de la méthode Soxhlet, qui est la technique de référence pour l'analyse des lipides totaux dans les produits alimentaires. Cette méthode consiste à extraire les graisses de l'échantillon sec à l'aide d'un solvant organique volatil, le plus souvent l'éther de pétrole ou l'hexane, sous reflux. L'échantillon est placé dans une cartouche de cellulose à l'intérieur de l'appareil Soxhlet, et le solvant circule de manière répétée pour dissoudre les matières grasses. Après extraction complète, le solvant est évaporé et la masse résiduelle des lipides est pesée pour calculer la teneur en matières grasses **(Annexe 7)**

- **Expression des résultats**

La teneur en lipides est donnée par la relation suivante:

$$G\% = (-1) / P \times 1$$

P1: Poids du ballon à vide;

P2: Poids du ballon contenant les lipides ;

P0 : Poids de la prise d'essai.

3. Plan de mélange

Un plan de mélange à trois facteurs a été utilisé afin d'étudier l'effet des proportions relatives de trois ingrédients — farine de blé (A), poudre de citrouille (B) et gomme xanthane (C) — sur l'acceptabilité sensorielle globale du pain. Le mélange total est fixé à 100 %, selon la logique des plans de mélanges.

4. Analyses sensorielles

Dans le cadre de notre projet de recherche, nous avons réalisé une analyse sensorielle au sein de l'Institut des Sciences et Techniques Appliquées. Cette activité expérimentale avait pour objectif d'évaluer l'acceptabilité de différentes formulations de pain enrichi en poudre de citrouille, à travers une dégustation comparative. L'analyse a été menée auprès d'un panel composé de 30 personnes, incluant à la fois des étudiants de diverses filières et des membres du personnel administratif de l'institut, afin de garantir une diversité de profils et de préférences **(Annexe 8).**

Trois types de pain ont été préparés pour cette séance de dégustation :

1) **Le pain A (Contrôle):** 0% PC + 0,05g G X;
2) **Le pain B:** était enrichi avec 1,5% PC + 0,05g G X;
3) **Le pain C:** Avec 2,5% PC + 0,05g G X.

Cette démarche expérimentale a permis de recueillir des données précieuses sur l'impact de l'ajout de poudre de citrouille sur les propriétés organoleptiques du pain, ainsi que sur la perception et la préférence des consommateurs potentiels.

Les résultats de cette analyse sensorielle constituent une base essentielle pour l'interprétation des effets de l'enrichissement en poudre de citrouille dans le cadre de notre étude

5. Analyses microbiologiques

Pour garantir la conformité de la poudre de citrouille et du pain préparé à partir de celle-ci aux normes réglementaires algériennes, nous avons procédé à des analyses microbiologiques dans laboratoires de Contrôle de la Qualité et de l'Emballage –CACQE _Beni Merad-Blida

Les micro-organismes ciblés ainsi que les méthodes d'analyse utilisées pour les deux produits sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 3 : Analyses microbiologiques applicables aux Pain et à la poudre de citrouille selon **l'arrêté 02/07/2017**

Catégories des denrées alimentaires	**Micro-organismes/ métabolites**	**Méthodes d'analyses**	**Plan d'échantillonnage**		**Limites Microbiologiques (ufc/g)**	
			n	**c**	**m**	**M**
Autre produit dérivés de céréales cuits (m'semen, baghrir, tout type de pains,....)	*Germes aérobies à 30ºC*	**(Annexe 9 et 14)**	5	2	10^3	10^4
	Escherichia coli	**(Annexe 10 et 15)**	5	2	3	30
	Staphylocoques à coagulase +	**(Annexe 11 et 16)**	5	2	10^2	10^3

En l'absence de normes microbiologiques précises concernant les poudres végétales obtenues par séchage dans le Journal Officiel de la République Algérienne **(JORA 2017)**, nous avons estimé qu'il était nécessaire de soumettre la poudre de citrouille aux mêmes analyses que celles réalisées sur le pain. Pour renforcer la rigueur du contrôle sanitaire, nous avons également intégré la recherche des Anaérobies Sulfito-Réducteurs (ASR) **(Annexe 12)** ainsi que celle de la Salmonelle **(Annexe 13)**, deux indicateurs importants de la contamination microbiologique.

6. Optimisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille (Erbas *et al.,* 2016;Myers *et al.,* 2016)

La méthodologie des plans d'expérience, notamment à travers la méthodologie des surfaces de réponse (RSM), constitue une approche rigoureuse pour l'optimisation des paramètres influençant la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille. Cette stratégie permet d'étudier les effets individuels, quadratiques et interactifs de plusieurs facteurs simultanément, tout en réduisant le nombre d'essais expérimentaux.

Dans cette étude, un plan Box-Behnken a été retenu en raison de son efficacité statistique pour modéliser les réponses complexes et sa capacité à éviter les combinaisons extrêmes des facteurs. Les variables indépendantes considérées incluent la température de séchage, le temps de séchage, et la concentration de poudre dans le système huile-eau. Chaque facteur est étudié à trois niveaux (bas, moyen, élevé), ce qui permet de générer un modèle mathématique prédictif de la réponse étudiée, en l'occurrence la capacité d'émulsification, exprimée en pourcentage de volume d'émulsion stable. Les données obtenues sont ensuite traitées par analyse de variance (ANOVA) pour valider la significativité du modèle et des effets, tandis que les courbes de réponse et les surfaces tridimensionnelles permettent de visualiser les conditions optimales. Cette démarche méthodologique offre un cadre fiable pour l'optimisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille et son application potentielle dans les formulations alimentaires.

Les résultats du comportement des surfaces de réponse sont expliqués par un modèle polynomial :

$$B0\sum_{y=1}^{K} BiXi + \varepsilon$$

Où

Y: est la réponse ;

β0: est un terme constant ;

βi: le coefficient linaire du paramètre ;

Xi: les variables et **ε** une valeur résiduelle associée à l'expérimentation.

- **Le design expérimental**

Les surfaces de réponses sont obtenues à l'aide du logiciel **Statistica version 12 StatSoft, Inc (2013)**. Ce qui permet de visualiser les effets combinés de trois variables indépendantes sur les réponses.

Les surfaces de réponse ont été déterminées pour la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille, en fonction des variables communes aux deux réponses considérées sont le temps de centrifugation, le temps d'homogénéisation et le ratio solide/liquide.

6.1. Détermination de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille

L'évaluation de la capacité d'émulsification constitue une étape clé dans la caractérisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille, notamment lorsqu'elle est destinée à des applications alimentaires. La méthode généralement utilisée repose sur la formation d'une émulsion huile-eau en présence de la poudre, suivie d'une mesure de la stabilité de cette émulsion **(Pearce et Kinsella, 1978)**. Typiquement, un mélange standardisé d'huile végétale et d'eau est préparé, auquel on ajoute une quantité déterminée de poudre **(Yasumatsu *et al.*, 1972).** Le mélange est ensuite soumis à une agitation mécanique à haute vitesse à l'aide d'un homogénéisateur ou d'un Ultra-Turrax **(Adebowale *et al.*, 2005).** Après homogénéisation, le mélange est transféré dans une éprouvette graduée et laissé au repos pendant une période déterminée **(Annexe 17)**

La capacité d'émulsification est ensuite exprimée en pourcentage du volume de la phase émulsionnée par rapport au volume total, selon la formule :

$$\textbf{Capacité d'émulsification (\%)} = \frac{\textbf{Hauteur de l'émulsion stable}}{\textbf{Hauteur totale du mélange)}} \times 100$$

6.2. Détermination de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille

La stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille (*Cucurbita pepo L.*) a été évaluée selon une méthode inspirée de celles décrites par **McClements (2005)** et **Chantrapornchai et al. (2010)**, en mettant l'accent sur la résistance thermique de l'émulsion. Une émulsion a d'abord été préparée à l'aide de la poudre de citrouille, puis soumise à un traitement thermique dans un bain-marie à 80 °C pendant 30 minutes **(Annexe18)**, conformément aux protocoles couramment utilisés pour simuler des conditions de cuisson douce dans l'industrie agroalimentaire. L'émulsion a ensuite été refroidie à température ambiante sans agitation afin de ne pas influencer la stabilité physique par des mouvements mécaniques. Après refroidissement, le volume de la phase séparée a été mesuré, et la stabilité de l'émulsion a été calculée selon la formule suggérée dans les travaux d'**Akhtar et Dickinson (2007).**

Stabilité (%) = (volume d'émulsion stable / volume initial d'émulsion) × 100

Cette méthode permet de caractériser la résistance de l'émulsion à la séparation de phase sous l'effet de la chaleur, un paramètre crucial pour prédire son comportement dans des formulations alimentaires soumises à des traitements thermiques.

Tableau 4: Les niveaux de variables

Variables	-1	0	+1
Rapport solide-liquide (g/ml)	1:8	1:10	1:12
Temps d'homogénéisation (min)	3	5	7
Temps de centrifugation (min	4	6	8

Tableau 5 : Résultats du modèle en fonction des différentes combinaisons

Experiences	Ratio solide-liquide (g/ml)	Temps d'homogénéisation (min)	Temps de centrifugation (min)
1	0	0	0
2	0	0	0
3	1	0	1
4	1	0	-1
5	-1	-1	0
6	-1	1	0
7	1	1	0
8	0	-1	-1
9	0	0	0
10	-1	0	1
11	1	-1	0
12	0	1	1
13	0	-1	0
14	0	1	-1
15	0	-1	1

Partie 3

Résultats et discussion

1. Le pain préparé à la base de poudre de citrouille

Les résultats de notre pain produit avec l'ajout ou non de la poudre de citrouille (PC) sont présentés dans les figure suivantes dont :

Le pain A (Contrôle): Ne contient pas la PC (0%);

Le pain B: était enrichi avec 1,5% PC;

Le pain C: était enrichi avec 2,5% PC.

Figure 6 : Petits pains cuits enrichis en non de la PC

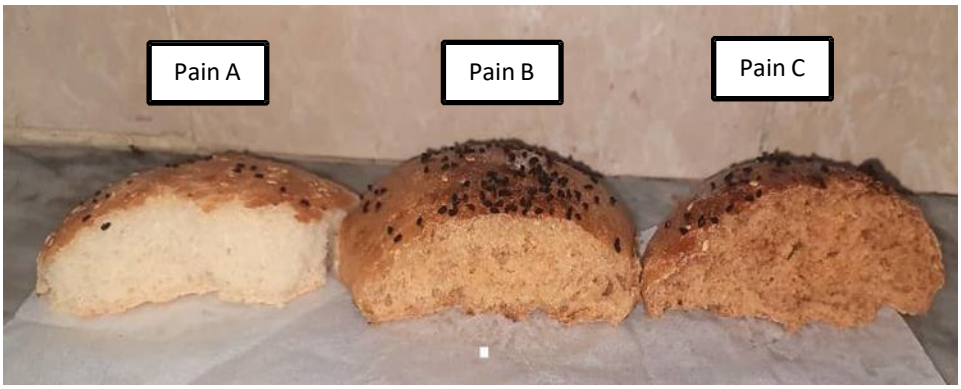


Figure 7: Vue de la coupe transversale de la mie de pain

La figure 6 présente les volumes spécifiques des pains. Comme on peut le constater, l'ajout de 1,5 % de poudre de citrouille dans le pain B a entraîné l'augmentation la plus marquée du volume spécifique. En revanche, le pain C, enrichi avec 2,5 % de poudre de citrouille, présente un volume spécifique plus élevé que celui du pain C (1,5 % de PC), mais légèrement inférieur à celui du pain A (0 % de PC).

Ces résultats confirment ceux de **Wahyono *et al.* (2016)** qui rapportent qu'une quantité plus importante de poudre de topinambour entraînait une diminution du volume spécifique du pain.

Selon **Hsu *et al.* (2004)**, une teneur en gluten plus faible entraîne une diminution de la force de la farine et de la rétention de gaz, ce qui diminue le volume et les caractéristiques du pain.

La figure 7 montre que le pain B (1,5% PC) présentait à la fois la meilleure croûte et la meilleure mie. Le pain C (2,5% PC) obtenait également de bons résultats sur ces deux critères. À l'inverse, le pain témoin (pain A), dépourvu de poudre de citrouille, présentait des qualités de croûte et de mie moins satisfaisantes.

Des résultats similaires ont également été rapportés par **Ibrahim Hoxha *et al.* (2023), Dabash *et al.* (2017)** ainsi que **Kampuse *et al.* (2015)**, montrant que le pain enrichi en poudre de citrouille présente de bons résultats en ce qui concerne la croûte et le volume de mie.

2. Les analyses physico chimiques de la poudre de citrouille

Les résultats des analyses physico chimiques de la poudre de citrouilles ont mentionné dans le tableau ci-dessus.

Tableau 6 : Résultats des analyses physico chimiques de la poudre de citrouille

Analyses	Résultats (%)
Acidité titrable	0.15
Teneur en eau	13.50
Taux de cendres	6.13
Teneur en protéine	13.50
Teneur en matière grasse	0.798

Cette section vise à interpréter les résultats obtenus pour notre produit A, une poudre de citrouille (*Cucurbita pepo L.*) séchée à 60 °C pendant 4 heures, en le comparant à deux formulations similaires :

1) Produit B : poudre de *Cucurbita maxima* séchée à 60 °C pendant 6 heures **(Nawirska-Olszańska *et al.*, 2011),**
2) Produit C : poudre de citrouille enrichie en feuilles d'amarante, séchée puis moulue **(Omwamba et Mahungu, 2014).**

a. Acidité titrable

Notre produit A présente la plus faible acidité titrable (0,15 %), comparée à B

(0,22 %) et C (0,30 %). Cette faible acidité est un bon indicateur de fraîcheur de la matière première, mais aussi de stabilité microbiologique. Une acidité modérée limite la prolifération des microorganismes acido-tolérants, contribuant ainsi à une meilleure durée de conservation. De plus, une acidité faible améliore l'acceptabilité sensorielle pour des applications comme les bouillies ou soupes.

Notre produit A est plus stable et organoleptiquement plus neutre, ce qui est un atout pour des formulations variées.

b. Teneur en eau

Avec une teneur en eau de (13,5%), notre produit A se situe juste en dessous du seuil maximal recommandé de (≤ 14) % pour les poudres végétales destinées à une conservation stable à température ambiante, selon la **FAO (2007).** En comparaison, le produit C affiche une teneur en eau plus basse (11,87 %), ce qui est idéal pour une meilleure stabilité, tandis que le produit B présente une humidité similaire à A, avec (13,45 %).

La teneur en eau légèrement plus élevée du notre produit A peut être attribuée à un temps de séchage plus court (4 heures pour A contre 6 heures pour B), ce qui limite l'évaporation complète de l'eau résiduelle. Ce constat met en lumière l'importance d'optimiser les paramètres de séchage — durée, température et circulation d'air — pour réduire l'humidité résiduelle.

Bien que la teneur en eau du notre produit A reste acceptable pour un stockage à court terme, il serait pertinent d'envisager un post-séchage ou une modification des conditions de séchage afin d'abaisser l'humidité. Cela permettrait d'améliorer la stabilité microbiologique et physico-chimique du produit, prolongeant ainsi sa durée de conservation.

c. Taux de cendres

Le taux de cendres de (6,13%) dans notre produit A indiqué une teneur minérale intéressante, légèrement supérieure à celle de B (5,80 %) mais inférieure à C (7,20 %). Les cendres reflètent la présence de minéraux tels que le potassium, le magnésium, le calcium, essentiels à la nutrition humaine. L'enrichissement du produit C par l'amarante explique son taux

Notre produit A est naturellement riche en minéraux, ce qui en fait une option précieuse pour lutter contre les carences micro-nutritionnelles, notamment en milieux à ressources limitées levé.

d. Teneur en protéines

Notre produit A atteint (13,50 %) de protéines, ce qui est supérieur au produit B (10,85 %) et proche de la fourchette supérieure observée dans la chair de *Cucurbita pepoL.* Le produit C, enrichi en feuilles d'amarante, atteint (18,40 %), mais cela est dû à l'ajout de sources protéiques externes.

Sans enrichissement, notre produit A présente déjà une teneur élevée en protéines, ce qui le rend particulièrement adapté à des formulations pour enfants, femmes enceintes ou populations sous-alimentées. Il peut être utilisé comme ingrédient protéino-énergétique dans des bouillies ou mélanges avec des céréales pauvres en acides aminés essentiels.

e. Teneur en matière grasse

Avec une valeur de 0,798 %, notre produit A est le moins gras des deux autres produits, ce qui est caractéristique de la chair de citrouille (et non des graines, très lipidiques). Ce faible taux est avantageux pour des formulations hypolipidiques, notamment pour des régimes adaptés aux personnes à risque cardiovasculaire ou obèses.

Notre produit A est hautement valorisable pour les formulations allégées, en particulier dans l'industrie agroalimentaire fonctionnelle

3. Résultat de plan de mélange

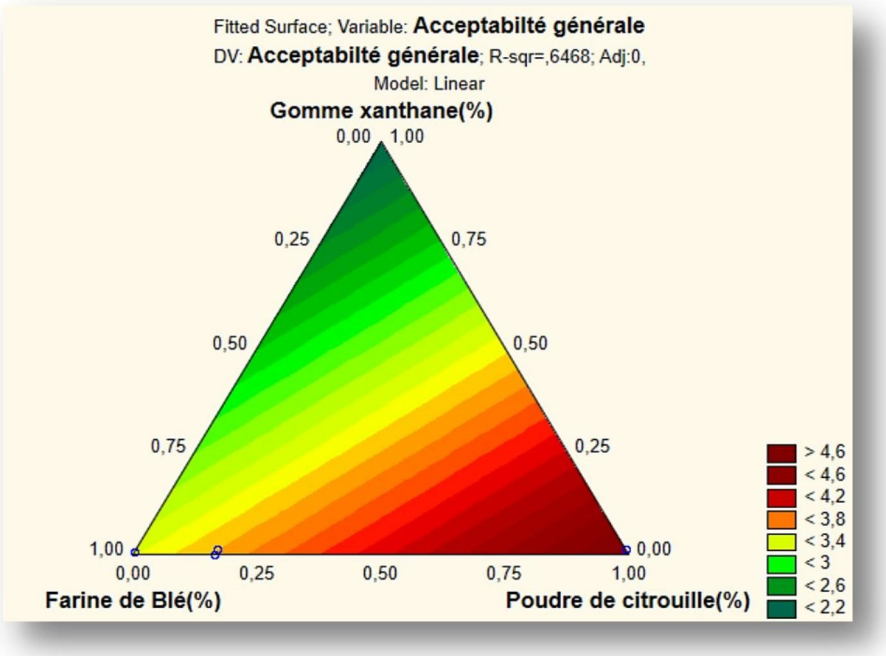


Figure 8 : surface de réponse de l'acceptabilité sensorielle en fonction des proportions de farine de blé et de poudre de citrouille (plan de mélange 2D)

Tableau 7 : Coefficients estimés du modèle de régression linéaire pour l'acceptabilité générale du pain

Factor	Coeffs (recoded comps); Var.:**Acceptabilté générale**; R-sqr=,6468; Adj:0, (Spreadsheet4) 3 Factor mixture design; Mixture total=100,, 4 Runs DV: **Acceptabilté générale**; MS Residual=,5960112					
	Coeff.	Std.Err.	t(1)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
(A)**Farine de Blé(%)**	3,386517	0,69919	4,843503	0,129617	-5,50	12,271
(B)**Poudre de citrouille(%)**	4,749393	1,33003	3,570889	0,173828	-12,15	21,649
(C)**Gomme xanthane(%)**	2,191011	82,02959	0,026710	0,983000	-1040,09	1044,476

Tableau 8 : Evaluation sonsorielle des différents pains formulés (A, B, C)

Critère sensoriel	**Pain A (témoin)**	**Pain B (1,5% PC + gomme X)**	**Pain C (2% PC sans gomme X)**
Aspect visuel	2,8	4,5	3,8
Texture en bouche	3,0	4,5	4,0
Odeur/arôme	3,0	4,5	4,0
Goût	2,5	4,6	3,5
Appréciation globale	2,8	4,6	3,9

L'acceptabilité générale du pain, dans un mélange total de 100 % (formulation basée sur 3 composants : farine de blé, poudre de citrouille, gomme xanthane).

3.1. Objectif du plan

Le but est d'évaluer comment les proportions relatives des trois ingrédients influencent l'**acceptabilité sensorielle globale** du produit final (le pain), mesurée selon une note attribuée par un panel de testeurs.

3.2. Modèle statistique utilisé

Il s'agit d'un **plan de mélange à 3 facteurs**, avec les composantes suivantes :

1. **(A) Farine de blé**
2. **(B) Poudre de citrouille**
3. **(C) Gomme xanthane**

Le modèle estime les **coefficients d'effet** de chaque ingrédient sur la variable dépendante (Acceptabilité générale), à l'aide d'une **régression linéaire**.

3.3. Interprétation des résultats du modèle

Tableau 9 : Interprétation des résultats du modèle

Facteur	Coefficient estimé	Erreur standard	p-valeur	Interprétation principale
Farine de blé (A)	3,39	0,70	0,13	Effet positif modéré, mais non significatif (p > 0,05)
Poudre de citrouille (B)	4,75	1,33	0,17	Effet positif plus marqué, mais non significatif
Gomme xanthane (C)	2,19	82,03 (!)**	0,98	Coefficient très incertain, effet non significatif

L'erreur standard pour la gomme de xanthane est très élevée en raison de la faible teneur de cette dernière par rapport aux deux autres variables.

3.4. Qualité du modèle

R^2 = 0,6468 : Environ 65 % de la variance dans l'acceptabilité est expliquée par le modèle, ce qui est **modérément bon**.

MS Residual = 0,5960 : Moyenne des carrés des résidus, indique une variabilité résiduelle encore présente.

- L'**acceptabilité générale est principalement influencée par la poudre de citrouille**, suivie de la farine de blé. Ces deux ingrédients ont un **effet positif sur la perception sensorielle**.
- **La gomme de xanthane** ne semble **pas avoir d'effet significatif**, et les estimations associées sont très imprécises.
- Un **ajustement optimal** du mélange doit donc miser sur une **proportion modérée de poudre de citrouille**, comme l'indique aussi l'analyse sensorielle (pain B le plus apprécié avec 1,5 % de PC + gomme X).
- L'axe X correspond à la **farine de blé**, l'axe Y à la **poudre de citrouille**, et la surface indique le **niveau d'acceptabilité prédite**.
- Les zones les plus **élevées (couleurs plus claires)** correspondent aux combinaisons qui donnent la **meilleure acceptabilité**.
- On observe que des proportions modérées de poudre de citrouille (B) **améliorent la qualité perçue**, surtout lorsqu'elles sont bien équilibrées avec la farine de blé.

Voici le graphe **2D** du plan de mélange, il montre comment l'acceptabilité sensorielle varie en fonction des proportions de **farine de blé (A)** et de **poudre de citrouille (B)**, la gomme de xanthane étant implicitement la composante complémentaire (C = 1 − A − B).

Utiliser une formulation **équilibrée** comme celle du pain B (testé dans l'analyse sensorielle) :

- **Farine de blé :** 98,45 %
- **Poudre de citrouille :** 1,5 %
- **Gomme de xanthane :** 0,05 %

4. Résultats des analyses sensorielles

Nous avons obtenue d'après les analyses sensorielles effectuer au niveau de l'institut des sciences et techniques appliquées _Blida les résultats suivants :

4.1. Profil sonsoriel globale

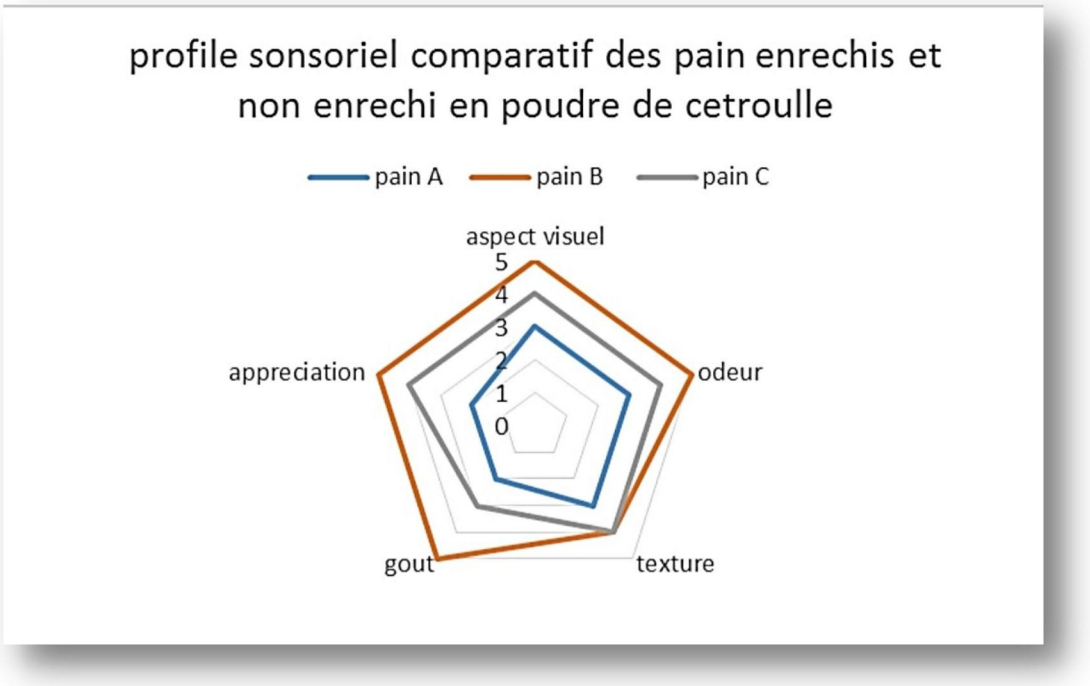


Figure 9 : Diagramme radar – profil sensoriel global

Le radar montre clairement que le pain B (enrichi avec 1,5% de PC + 0,05g G X) obtient les meilleures notes globales dans la plupart des critères sensoriels:

1) **Aspect visuel:** Nettement supérieur à celui du pain A (témoin).

2) **Texture, odeur, goût:** également mieux notés que ceux du pain A, et légèrement supérieurs à ceux du pain C.

3) **Appréciation globale:** le pain B se démarque nettement, indiquant qu'un enrichissement modéré améliore significativement la perception sensorielle.

4) Cela suggère qu'un dosage modéré en poudre de citrouille permet de conserver une bonne qualité sensorielle sans altérer la texture ni l'équilibre des arômes.

4.2. Aspect visuel

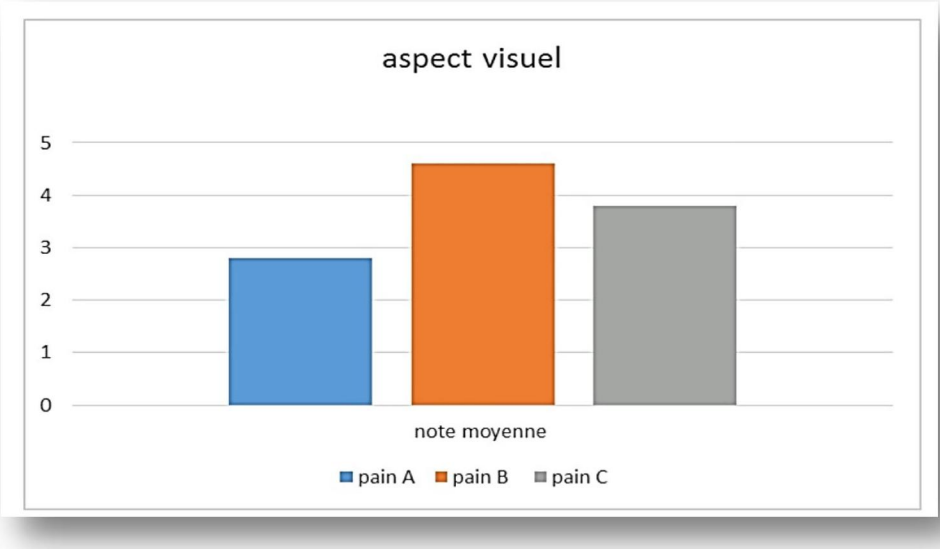


Figure 10 : Evaluation sensorielle de l'aspect visuel des pains enrichis ou non en poudre de citrouille

- Le pain B reçoit la note la plus élevée (4,5/5), suivi du pain C (3,8) et du pain A (2,8).
- L'ajout de poudre de citrouille (surtout à 1,5%) améliore l'apparence, probablement en apportant une couleur dorée ou orangée plus attrayante.

4.3. Texture en bouche

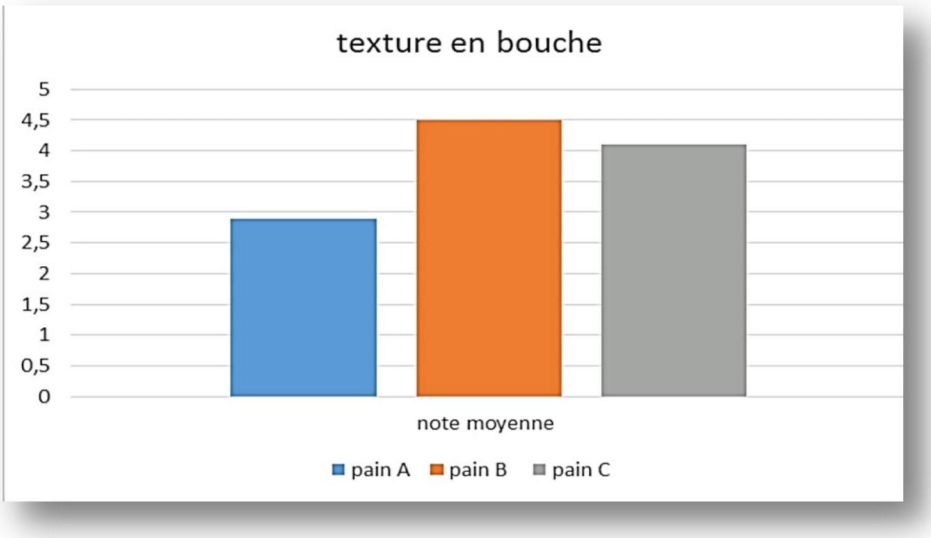


Figure 11 : Analyse sonsorielle de la texture en bouche des pains enrichis ou non en poudre de citrouille

- Le pain B atteint également la note la plus élevée (4,5), suivi du pain C (4) et du pain A (3).
- La poudre de citrouille semble améliorer la souplesse ou le moelleux de la mie, notamment à faible dose. À 2,5% de la poudre de citrouille, l'effet reste positif mais pourrait légèrement modifier la densité.

4.4. Odeur

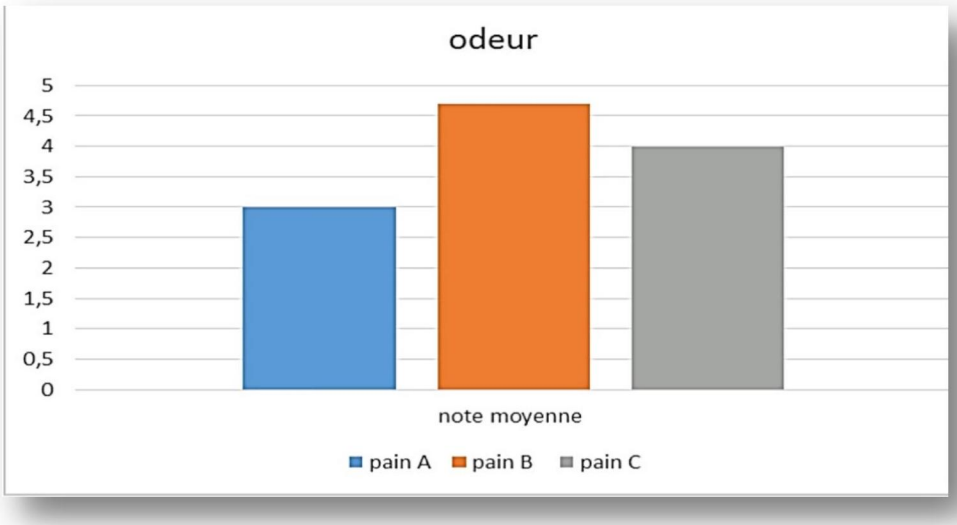


Figure 12 : Evaluation olfactive des pains formulés avec ou sans poudre de citrouille

- Le pain B (1,5%) est encore en tête avec 4,5 points, devant le pain C (2,5%) à 4 points et le pain A (0%) à 3 points.
- La poudre de citrouille enrichi l'arôme naturel du pain, possiblement en apportant des composés volatils caractéristiques.

4.5. Goût

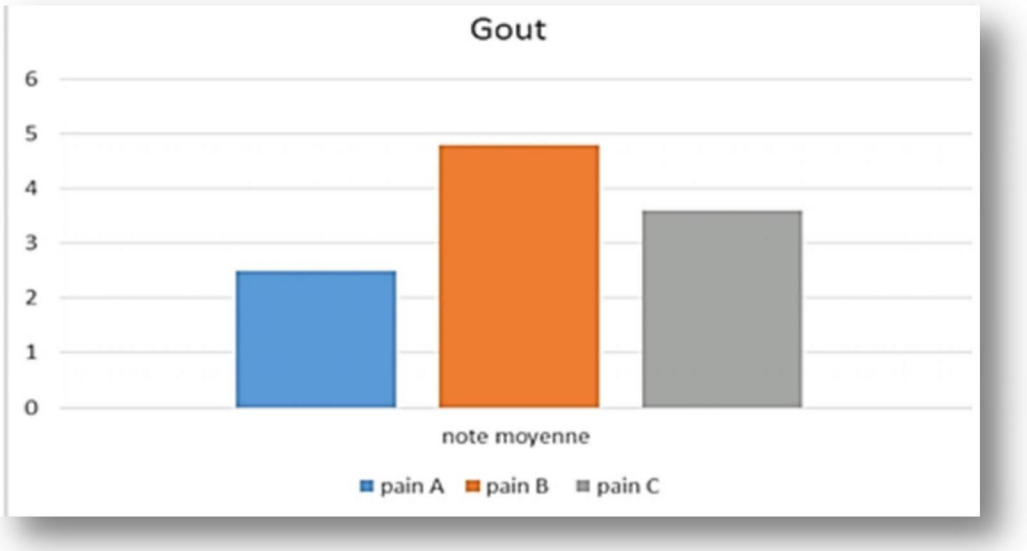


Figure 13 : Analyse sonsorielle comparative du gout des pains enrichis ou non en poudre de citrouille

Pain B obtient la meilleure note (4,6), Pain C (3,5) est à nouveau entre Pain A (2,5) et Pain B.

- 1,5% de la poudre de citrouille améliore la perception gustative déséquilibré les saveurs.

4.6. Appréciation globale

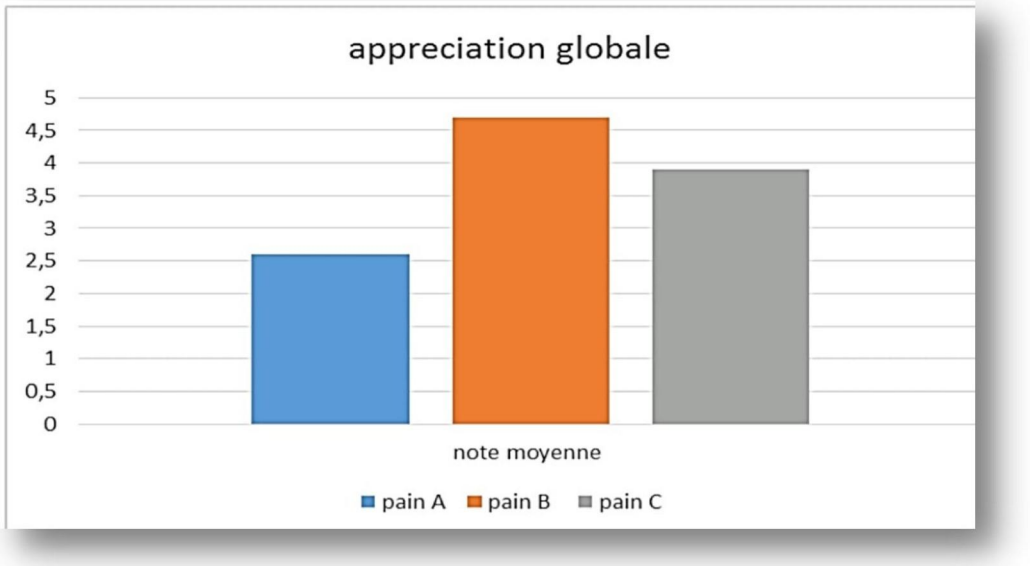


Figure 14 : Appréciation globale des pains contenant de la poudre de citrouille

- Pain B se distingue très nettement (4,6).
- Pain C (3,9) est aussi bien perçu, mais reste en dessous de B.
- Pain A (2,8) est le moins apprécié.

Les données sensorielles montrent que le pain B contenant 1,5 % de la poudre de citrouille a été préféré, a obtenu le score le plus élevé pour toutes les propriétés sensorielles et a obtenu plus de points. À l'inverse, dans pain C contenant 2,5 % de PC, à mesure que la teneur en poudre de citrouille augmentait, les propriétés sensorielles diminuaient.

Des résultats similaires ont également été rapportés par **Ibrahim Hoxha *et al.* (2023), Dabash *et al.* (2017)**, ainsi que **Kampuse *et al.* (2015)**, ce qui vient confirmer nos résultats.

5. Analyses microbiologiques

L'activité antimicrobienne de la poudre de citrouille *Curcubita pepo L*. et du pain préparé à la base de cette poudre vis-à-vis d'une gamme de cinq souches pathogènes (Germe aérobie à 30°C, Escherichia Coli, Staphylocoques à coagulase +, Anaérobies Sulfito-Réducteurs (ASR), Salmonella). Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 10: Résultats des analyses microbiologiques effectués sur le pain de citrouille et la poudre de citrouille.

Microorganisme	Poudre de citrouille	Le pain (1,5% PC)
Germe aérobie à 30°C	Absence	Absence
Escherichia Coli	Absence	Absence
Staphylocoques à coagulase +	Absence	Absence
Anaérobies Sulfito-Réducteurs (ASR)	Absence	/
Salmonella	Absence	/

Conformément aux normes établies par le journal officiel algérien n°39 du 02 juillet 2017, les analyses microbiologiques effectuées ont révélé une absence totale des germes pathogènes recherchés, ce qui confirme la qualité sanitaire de la poudre de citrouille et du notre pain.

Cette conformité est le fruit d'une maîtrise optimale des conditions de séchage, du respect strict des règles d'hygiène et de la rigueur appliquée lors des différentes étapes de préparation et de conditionnement.

A notre connaissance, il n'existe pas des études qui ont été consacrées à l'activité antimicrobienne de la poudre de citrouille et même du pain préparé à la base de cette poudre. La majorité des travaux réalisés sur l'activité antimicrobiennes des extrais biologique de la courge.

Rabia Adeel *et al.*, (2014) ont testé l'activité antimicrobienne des huiles des grains de courge (Cucurbita pepo). Cette huile a également montré une bonne activité antimicrobienne contre *Staphylococcus aureus*, avec une zone d'inhibition de 15 mm.

En outre, **Nikolaos Polyzos et al. (2024)** avancent que les huiles de graines de courge présentaient des propriétés antimicrobiennes satisfaisantes, avec une activité inhibitrice contre les souches bactériennes testées : Gram positif (*Staphylococcus aureus* (ATCC 11632), et à Gram négatif (*Escherichia coli* (ATCC 25922) et *Salmonella Typhimurium* (ATCC 13311)).

Les extraits méthanoliques des grains, d'écorce et de chair de citrouille (*Cucurbita maxima*) ont été testés contres quatre souches bactériennes (*Salmonella typhi*, *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* et *Streptococcus aureus*). Les extraits de chair de citrouille ont montrés

une activité antibactérienne supérieure à celle des extraits d'écorce et de graines de citrouille **(Ashiq Hussain *et al.*, 2021).**

De même, les travaux réalisés par **Tawheed Amin *et al.* (2018)** montrent que l'extrait éthanolique de graines de courge a inhibé la croissance de toutes les bactéries étudiés (*Salmonella typhii, Enterococcus sp., Escherichia coli, Bacillus subtilis* et *Staphylococcus aureus*).

Par ailleurs, **Badr *et al.* (2013)** ont rapporté que les extraits de *Cucurbita pepo* inhibaient modérément des bactéries à Gram positif comme *Bacillus subtilis* et *Bacillus cereus* avec des diamètres de zones d'inhibition de 5 et 4.75 mm, respectivement.

Prises ensemble, ces observations sont en faveur de l'utilisation de la courge comme source potentielle en principes actifs naturels exploitables dans les industries agroalimentaire, pharmaceutique ou encore cosmétique.

6. Détermination des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille

6.1. Optimisation des paramètres influençant la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille

Dans le cadre de l'optimisation des facteurs influençant la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille, la Méthodologie de Surface de Réponse (MSR) a été appliquée. Pour cela, le logiciel Statistica 12 (Statsoft, USA) a été employé afin de concevoir un plan expérimental de type Box-Behnken comportant 15 expériances. Ce plan nous a permis d'évaluer l'effet combiné de trois variables indépendantes : le rapport solide/liquide, le temps d'homogénéisation, ainsi que le temps de centrifugation. Grâce à cette approche, une équation mathématique prédictive a été établie, permettant de modéliser la capacité d'émulsification en fonction des différents paramètres étudiés. Ce modèle facilite l'identification des conditions optimales pour maximiser l'efficacité émulsifiante de la poudre de citrouille **(Tableau 11).**

Tableau 11: Résultats du modéle en fonction des différentes combinaisons

Expériences	Ratio solide-liquide (g/ml)	Temp d'homogénéisation(min)	Temp de centrifugation(min	Capacité d'émulsification	Stabilité d'émulsification
1	0	0	0	61%	61%
2	0	0	0	61%	61%
3	1	0	1	56.81%	55.55%
4	1	0	-1	58.33%	54.16%
5	-1	-1	0	65.1%	63.67%
6	-1	1	0	**66.67%**	**66.67%**
7	1	1	0	55.55%	55.55%
8	0	-1	-1	65.78%	63.15%
9	0	0	0	57.1%	57.1%
10	-1	0	1	64.4%	62%
11	1	-1	0	55.55%	55.55%
12	0	1	1	66.66%	62.5%
13	0	-1	0	**57.1%**	**57.1%**
14	0	1	-1	68.57%	66.66%
15	0	-1	1	62.5%	62.5%

La capacité d'émulsification de la poudre de citrouille a atteint une valeur maximale de (66,67 %) dans des conditions optimisées, et une valeur minimale de (57,1 %) lorsque les paramètres étaient moins favorables. Ces résultats montrent que l'efficacité émulsifiante dépend fortement du ratio solide/liquide et du temps d'homogénéisation. Comparativement, la poudre de betterave présente des capacités d'émulsification légèrement plus élevées, allant généralement de (65 %) à (72 %) selon la littérature **(Ali *et al.*, 2019 ; Mao *et al.*, 2021)**. Ainsi, bien que la citrouille soit un peu moins performante, elle offre un bon potentiel en tant qu'agent émulsifiant naturel, notamment dans une démarche de valorisation agroalimentaire.

6.1.1. Interprétation des résultats par méthodologie de surface de réponse

Une évaluation du modèle quadratique de surface de réponse a été effectuée par l'analyse de la variance (ANOVA) afin de déterminer les effets significatifs des variables du processus sur chaque réponse, comme le montre le Tableau ci-dessous.

Tableau 12 : Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille

Facteur	ANOVA; Var.: **Capacité d'émulsification** (%); R-sqr=,87746; Adj:,78555 (Spreadsheet62) 3 3-level factors, 1 Blocks, 15 Runs; MS Residual=3,975182 DV: **Capacité d'émulsification** (%)				
	SS	**df**	**MS**	**F**	**p**
(1)**Ratiosolide-liquide (g/ml)** (L)	99,6448	1	99,64485	25,06674	0,001044
Ratiosolide-liquide (g/ml)(Q)	17,2297	1	17,22969	4,33431	0,070905
(2)**Temp d'homogénéisation (min)**(L)	11,7715	1	11,77151	2,96125	0,123590
Temp d'homogénéisation (min)(Q)	35,7683	1	35,76825	8,99789	0,017081
(3)Temp de centrifugation (min)(L)	15,3873	1	15,38732	3,87085	0,084677
Temps de centrifugation (min)(Q)	31,8767	1	31,87672	8,01893	0,022090
Erreur	31,8015	8	3,97518		
Total SS	259,5172	14			

6.1.2. Courbe de régression

La Figure ci-dessous montre la différence entre les valeurs observées et les valeurs prévues. Nous remarquons une légère différence entre ces valeurs,le coefficient de détermination étant de (87%).

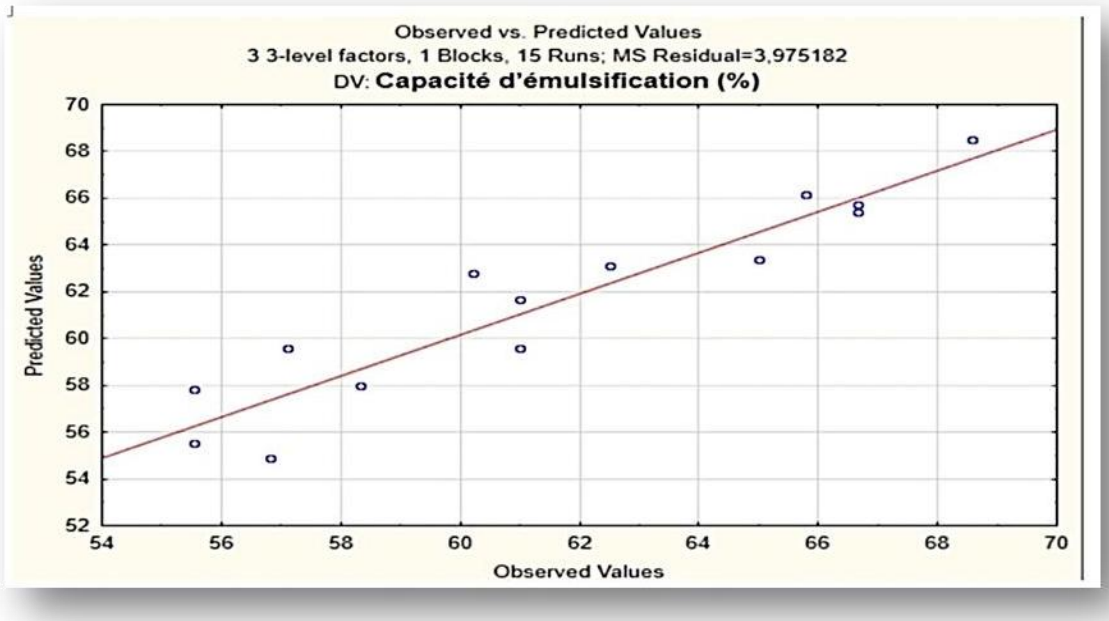


Figure 15 : Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité d'émulsification de la Poudre de citrouille

6.1.3. Analyse de screening

L'analyse de screening réalisée à l'aide du diagramme de Pareto a permis d'identifier les facteurs influençant significativement la capacité d'émulsification (%). Parmi les trois facteurs étudiés (ratio solide-liquide, temps d'homogénéisation et temps de centrifugation), le ratio solide-liquide (effet linéaire) s'est avéré être le paramètre le plus déterminant avec un effet standardisé de (-5,004), indiquant qu'une augmentation de ce ratio diminue la capacité d'émulsification. Le temps d'homogénéisation et le temps de centrifugation ont également montré des effets significatifs mais de nature quadratique, suggérant une réponse non linéaire avec un niveau optimal à atteindre pour maximiser l'efficacité. Ces résultats orientent ainsi les conditions expérimentales à privilégier pour améliorer la performance d'émulsification **(Montgomery, 2017).**

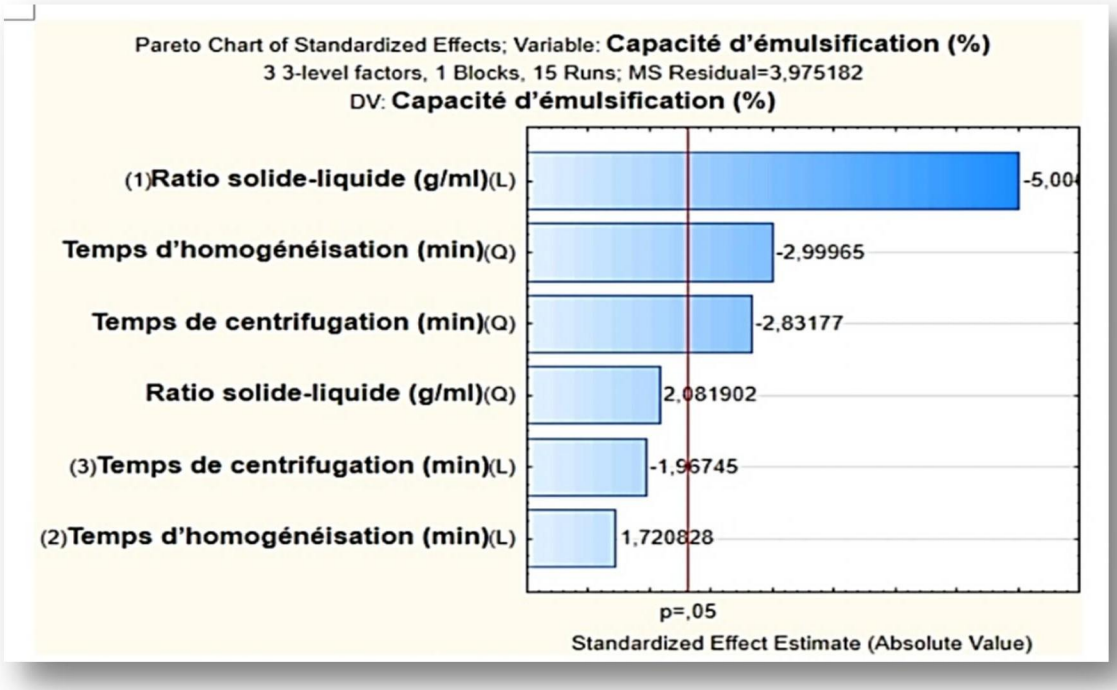


Figure 16: Diagramme de Pareto des effets pour la capacité d'émulsification

6.1.4. Modélisation statistique de la capacité d'émulsification

Les résultats d'analyse de variance présentée sur le **(Tableau 13)** montrent que les effets linéaires de ratio solide liquide et temps d'homogénéisation et temps de centrifugation sont significatifs. Effectivement les valeurs de p sont inférieures à (0.05). Les termes quadratiques de ratio solide liquide et temps d'homogénéisation et temps de centrifugation ne sont pas significatifs car la valeur de p est supérieure à (0.05).

Tableau 13 : Estimation des effets de surface de réponse de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille

Effect Estimates; Var.:**Capacité d'émulsification** (%); R-sqr=,87746; Adj:,78555 (Spreadsheet62) 3 3-level factors, 1 Blocks, 15 Runs; MS Residual=3,975182 DV: **Capacité d'émulsification** (%)										
Facteur	Effet	Std.Err.	t(8)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.limt
Mean/Interc	62,26355	0,62069	100,312	0,00000	60,8322	63,6948	62,26355	0,620699	60,83222	63,69489
(1)Ratio solide- liquide (g/ml) (L)	-7,87434	1,57277	-5,0067	0,00104	-11,5012	-4,24753	-3,93717	0,786385	-5,75058	-2,12376
Ratio solide- liquide (g/ml) (Q)	2,19686	1,05521	2,0819	0,07090	-0,2365	4,63020	1,09843	0,527609	-0,11824	2,31510
(2)Temps d'homogénéisation (min) (L)	2,31737	1,34666	1,7208	0,12359	-0,7880	5,42278	1,15869	0,673330	-0,39402	2,71139
Temps d'homogénéisation (min) (Q)	-3,21642	1,07226	-2,9996	0,01708	-5,6891	-0,74377	-1,60821	0,536133	-2,84454	-0,37189
(3)Temps de centrifugation (min) (L)	-3,09434	1,57277	-1,9674	0.08467	-6,7212	0,53247	-1,54717	0,786385	-3,36058	0,26624
Temps de centrifugation (min) (Q)	-2,98814	1,05521	-2,8318	0.02209	-5,4215	-0,55480	-1,49407	0,527609	-2,71074	-0,27740

L'expression mathématique de la capacité d'émulsification en fonction des différentes variables indépendantes, obtenue par la méthodologie de surface de réponse, est la suivante :

$$Y= 62.26 - 3.93\ R - 1.61\ Th - 1.49\ TC$$

Où :

Y: Capacité d'émulsification

R: Ratio solide-liquide

Th: Temps d'homogénéisation

Tc: Temps de centrifugation

6.1.5. Diagrammes des surfaces de répons

Les graphiques des surfaces des modèles quadratiques et des effets sont présentés sur le (Tableaun 13), les diagrammes permettent de mettre en relief les effets linéaires, quadratiques et interactifs sur chaque variable dépendante.

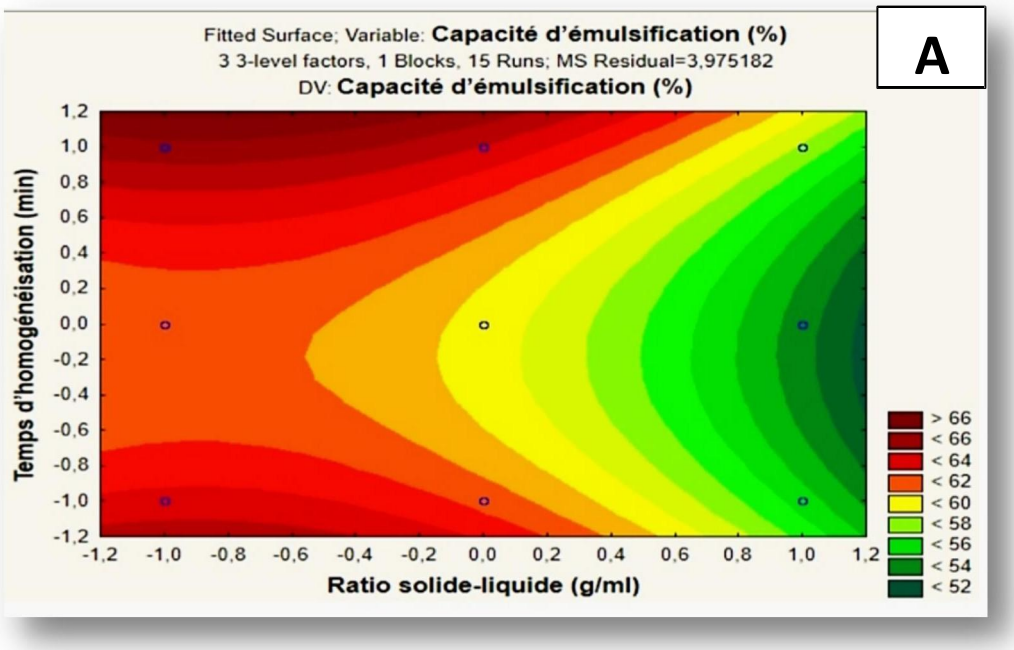


Figure17 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide (A)

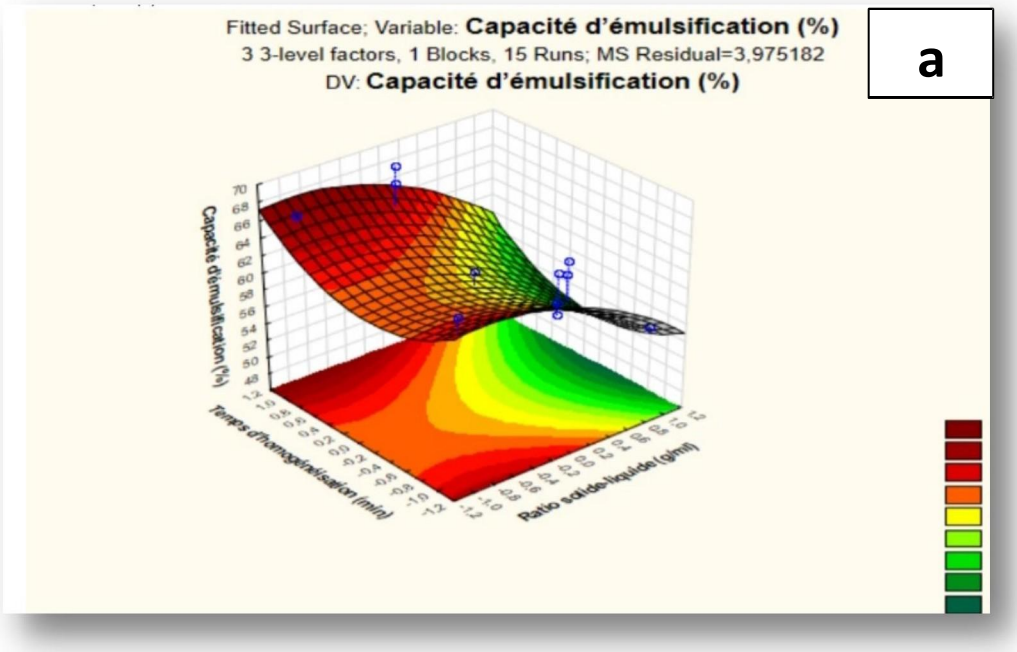


Figure 18: Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (a)

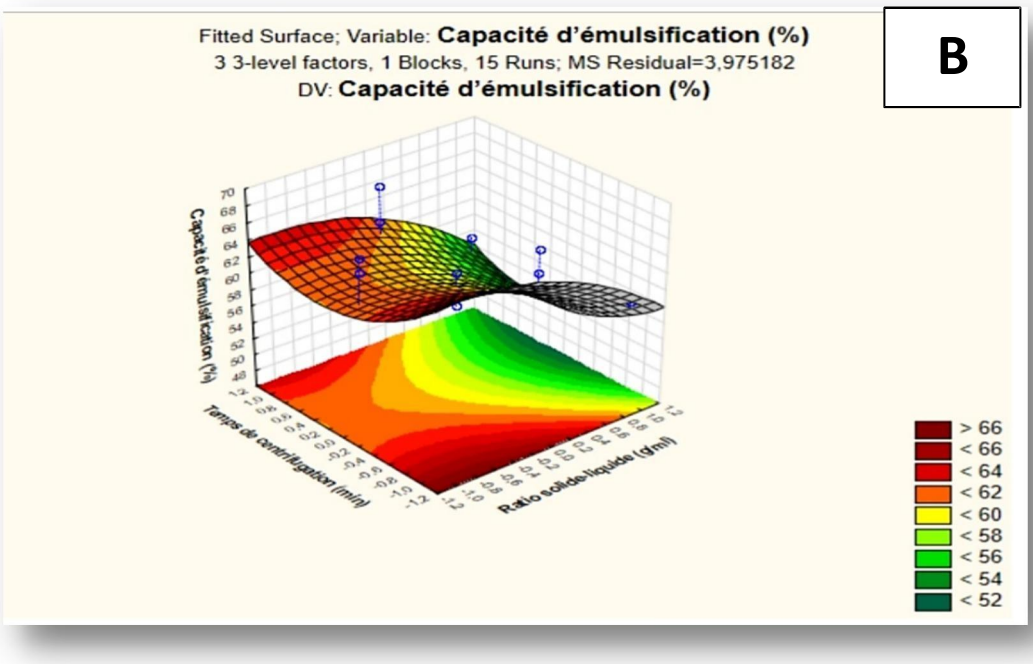


Figure 19 : Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide (B)

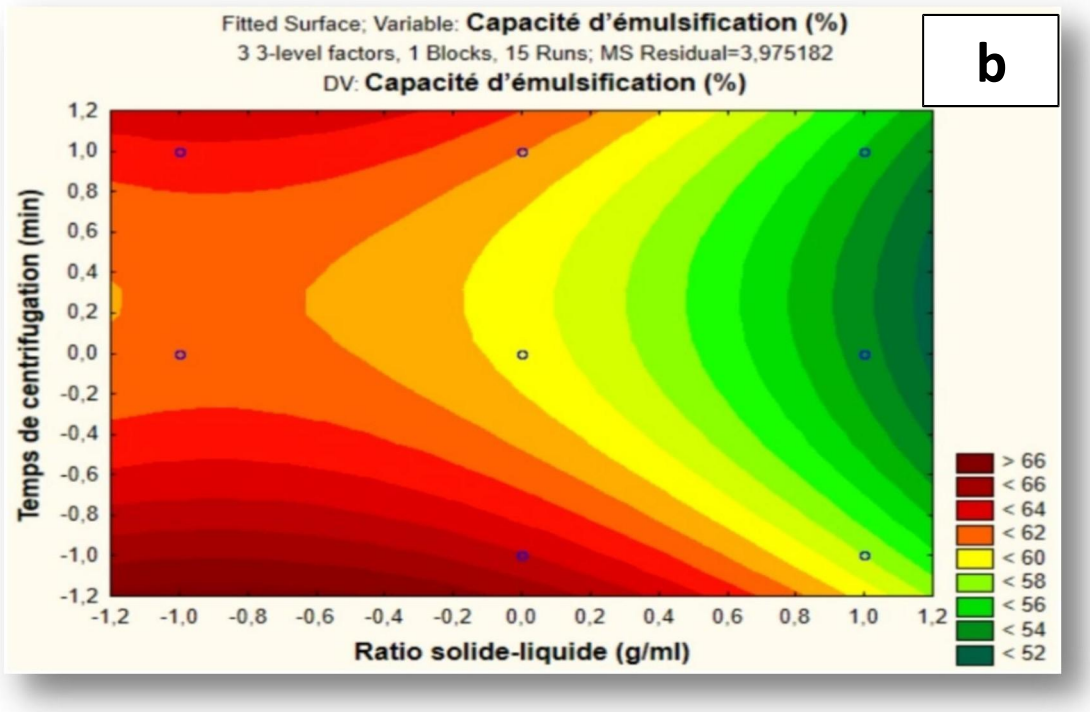


Figure 20 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide (b)

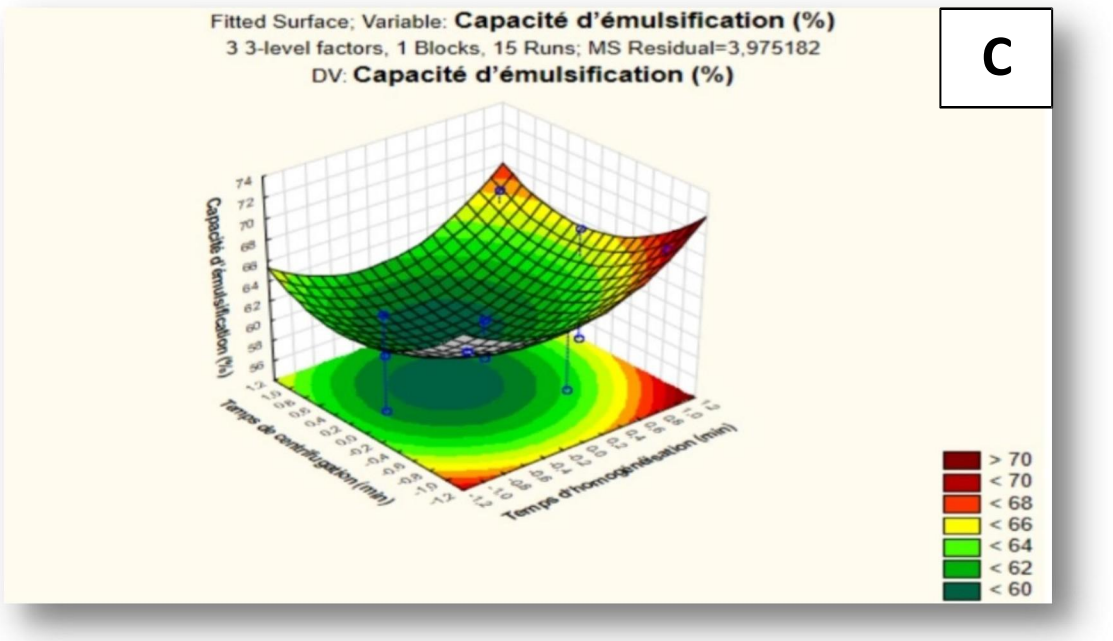


Figure 21 : Surfaces de réponse 3D de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps centrifugation et le temps d'homogénéisation (C)

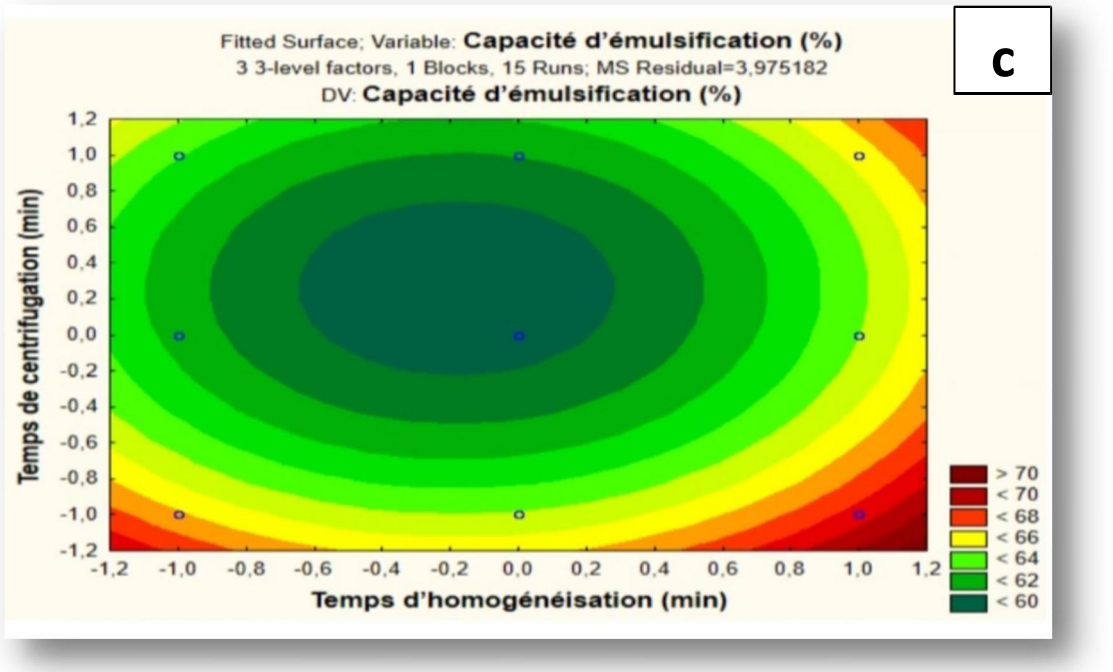


Figure 22 : Tracé de contour 2D De la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps d'homogénéisation (c)

6.1.6. Analyse des surfaces de réponse

Les résultats présentés dans les figures (A, a) illustrent l'effet quadratique du ratio solide-liquide ainsi que celui de temps d'homogénéisation. Et les valeurs optimales se trouvent au niveau de (-1,2) pour le ratio solide liquide et (1.2) pour le temps d'homogénéisation.

Les figures (B, b) montrent l'effet linéaire du ratio solide-liquide et l'effet quadratique du temps de centrifugation, la valeur optimale de ratio solide-liquide se trouve au niveau de (-1.2), et la valeur optimale du temps de centrifugation est de (1.2).

Les figures (C, c), montre que les variables du temps d'homogénéisation significative en quadratique, tandis que les variables du temps de centrifugation significative en linéaire, et la valeur optimale du temps d'homogénéisation est de (1.2) et (-1.2) pour le temps de centrifugation.

6.1.7. Profil de désirabilité

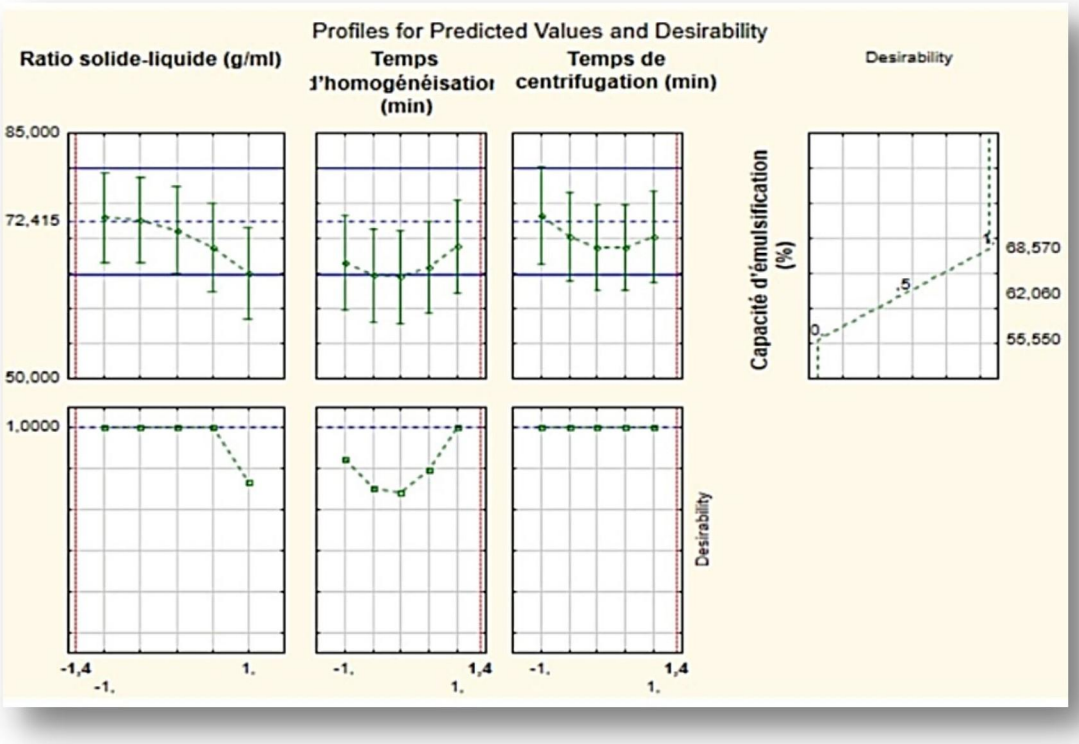
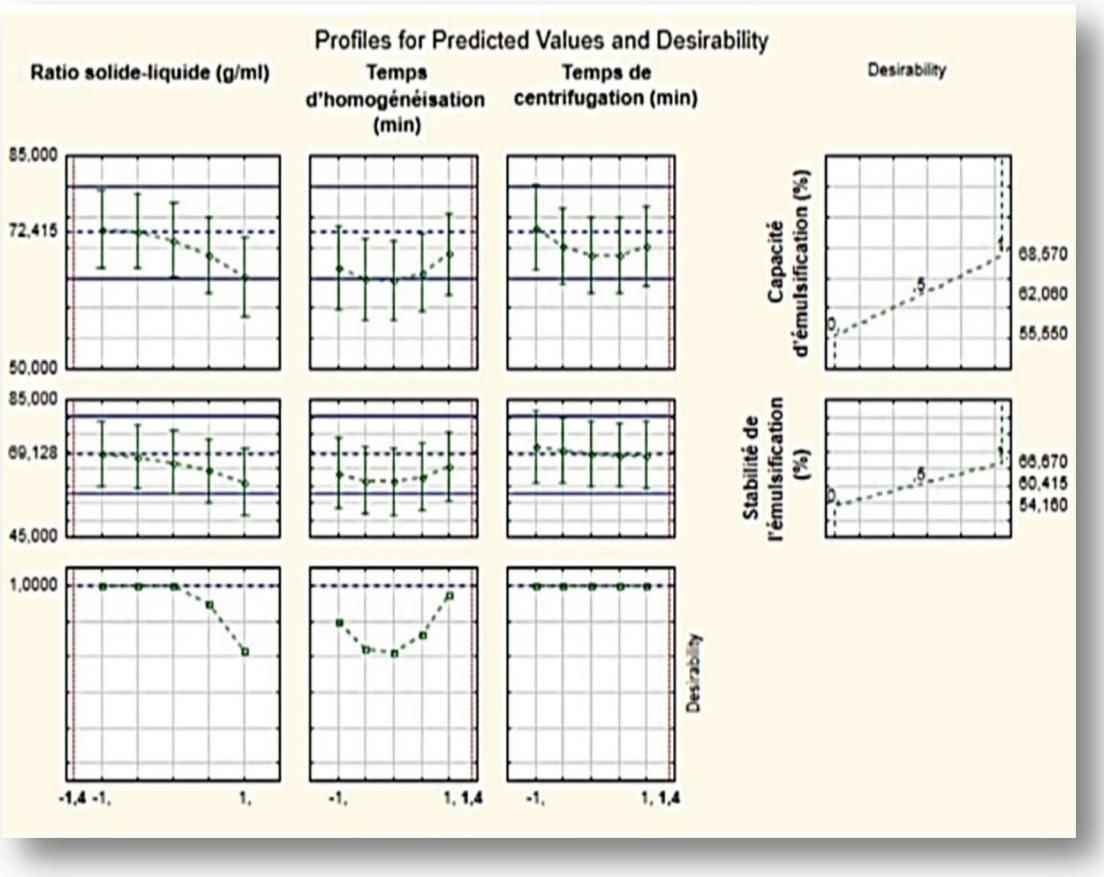


Figure 23: Profil de la fonction de désirabilité de la capacité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (1.4)



Fi gure 24: Profil de la fonction de désirabilité de la capacité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (1.4)

L'intérêt de cette étude est de déterminer la meilleure combinaison des facteurs influençant la capacité d'émulsification. La méthode de désirabilité a été utilisée pour optimiser les facteurs pour augmenter la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille.

Les figures ci-dessus montrent qu'une augmentation de temps d'homogénéisation et diminution de ratio solide liquide donnant une augmentation de capacité d'émulsification de la poudre de citrouille. **La figure 23** montre que lorsque la valeur de ratio solide liquide est fixée à (-1.4) et le temps d'homogénéisation à (1.4), la capacité d'émulsification atteint (68.58%). La diminution du ratio solide/liquide à (-1,4) et l'augmentation du temps de centrifugation à (1,4) permettent d'atteindre une capacité d'émulsification allant jusqu'à (68,57 %), comme le montre la figure 24.

6.2. Optimisation des paramètres influençant la stabilité de l'émulsification de la poudre de citrouille

6.2.1. Interprétation des résultats par la méthodologie de surface de réponse

Une évaluation du modèle quadratique des surfaces des réponses a été effectuée par l'analyse de la variance (ANOVA) afin de déterminer les effets significatifs des variables du processus sur chaque réponse, comme le montre le Tableau ci-dessous.

Tableau 14 : Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille.

OVA; Var.**:Stabilité de l'émulsification** (%); R-sqr=,74129; Adj:,54726 (Spreadsheet62) 3 3-level factors, 1 Blocks, 15 Runs; MS Residual=8,965533 DV: **Stabilité de l'émulsification** (%)					
Facteurs	**Ss**	**df**	**MS**	**F**	**p**
Ratio solide-liquide (L)	109,3111	1	109,3111	12,19237	0,008177
Ratio solide-liquide(Q)	11,1211	1	11,1211	1,24043	0,297729
(2)Temps d'homogénéisation(min)(L)	8,2902	1	8,2902	0,92468	0,364410
Temps d'homogénéisation (min)(Q)	38,8668	1	38,8668	4,33513	0,070884
(3) Temps de centrifugation(L)	9,8039	1	9,8039	1,09351	0,326260
Temps de centrifugation(Q)	2,4448	1	2,4448	0,27268	0,615683
Erreur	71,7243	8	8,9655		
Total SS	277,2397	14			

6.2.2. Analyse de screening

Réalisée à l'aide du diagramme de Pareto a permis d'identifier les facteurs influençant significativement la stabilité d'émulsification (%). Parmi les trois facteurs étudiés (ratio solide-liquide, temps d'homogénéisation et temps de centrifugation), le ratio solide-liquide (effet linéaire) s'est avéré être le paramètre le plus déterminant avec un effet standardisé de (-3,491), indiquant qu'une augmentation de ce ratio diminue la stabilité d'émulsification. Le temps d'homogénéisation et le temps de centrifugation ont également montré des effets significatifs mais de nature quadratique, suggérant une réponse non linéaire avec un niveau optimal à atteindre pour maximiser l'efficacité. Ces résultats orientent ainsi les conditions expérimentales à privilégier pour améliorer la performance d'émulsification.

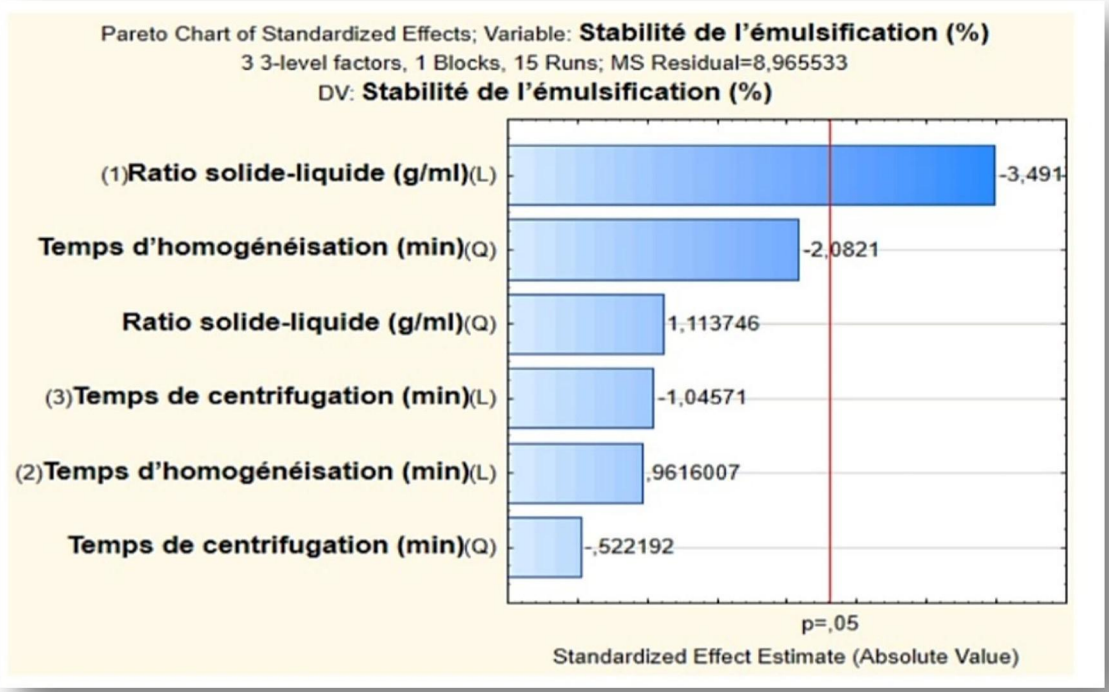


Figure 25 : Diagramme de Pareto des effets pour la stabilité d'émulsification

6.2. 3. Courbe de régression

La Figure ci-dessous montre la différence entre les valeurs observées et les valeurs prévues. Nous remarquons une légère différence entre ces valeurs, le coefficient de détermination étant de (74%).

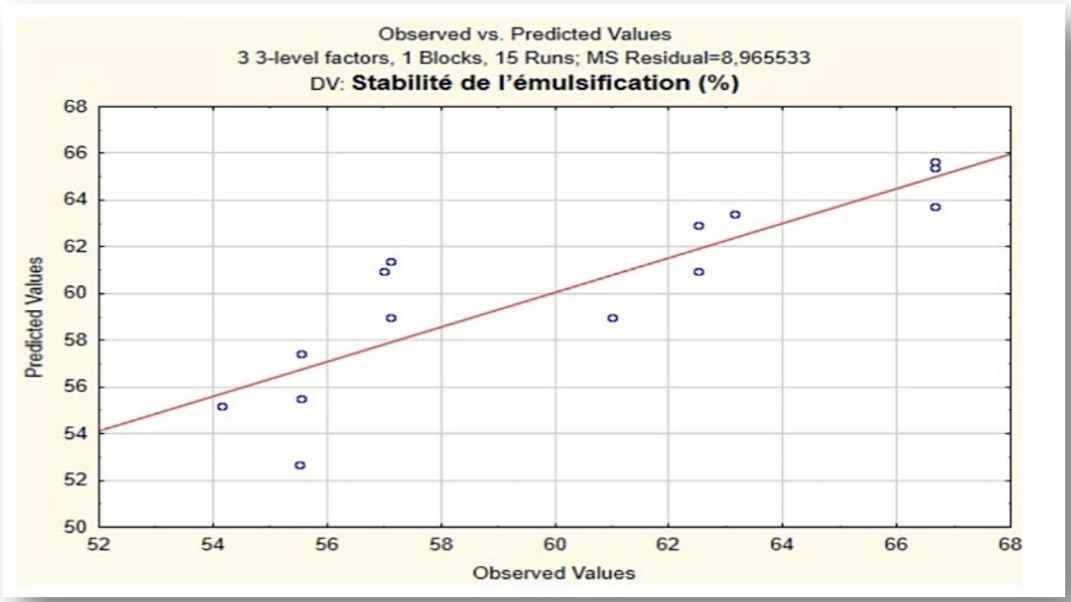


Figure 26 : Valeurs observées et valeurs prévues de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille

6.2.4. Modélisation statistique de la stabilité d'émulsification

Les résultats de l'analyse de variance, présentés dans le (Tableau n°14), montrent que les effets linéaires du temps de ratio solide-liquide est significatif, avec des valeurs de p inférieures à (0,05). En revanche, l'effet linéaire du temps d'homogénéisation et temps de centrifugation ne sont pas significatif, la valeur de p étant supérieure à (0,05). De plus, le terme quadratique du temps de centrifugation et temps d'homogénéisation et ratio solide-liquide ne sont pas significatifs, leurs valeurs de p étant également supérieures à (0,05).

Tableau 15 : Estimation des effets de surface de réponse de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille

Effect Estimates; Var.:**Stabilité de l'émulsification** (%); R-sqr=,74129; Adj:,54726 (Spreadsheet62) 3 3-level factors, 1 Blocks, 15 Runs; MS Residual=8,965533 DV: **Stabilité de l'émulsification** (%)										
Facteur	Effet	std.Err	t(8)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,0%-Cnf.Lmt	Coeff	Std.Err Coeff	-95,% Cnf.Lmt	+95,% Cnf.Limt
Mean/interc	60,5987	0,93216	65,0089	0.00000	58,4492	62,74834	60,59877	0,93216	58,4492	52,2483
(1) Ratio solide-liquide (L)	-8,24744	2,36197	-3,4917	0,00817	-13,6942	-2 ,80072	-4,12382	1,18098	-6,8470	-1,4003
Ratio solide-liquide(Q)	1,76497	1,58471	1.11375	0,29772	-1,8894	5,41934	0,88249	0,792359	-0,9447	2,7096
(2)Temps d'homogénéisation (L)	1,94474	2,02240	0,96160	0,36441	-2,7189	6,60842	0,97237	1,01120	-1,3594	3,3042
Temps d'homogénéisation (Q)	-3,35285	1,61032	-2,08210	0,07088	-7,0663	0,36056	-1,67642	0.80516	-3,5331	0,1802
(3)Temps de centrifugation (L)	-2,46994	2,36197	-1,04571	0,32626	-7,9167	2,97678	-1,23497	1,18098	-3,9583	1,4883
Temp de centrifugation (Q)	-0,82753	1,584718	-0.52219	0,61568	-4,4819	2,82684	-0,41376	0,79235	-2,2409	1,4134

L'expression mathématique de la stabilité d'émulsification en fonction des différentes variables indépendantes, obtenue par la méthodologie de surface de réponse, est la suivante :

$$S = 60.60 - 4.12\ R - 1.67\ Th - 0.41\ TC$$

Où :

S : stabilité d'émulsification

R : Ratio solide-liquide

Th : Temps d'homogénéisation

Tc : Temps de centrifugation

6.2.5. Diagrammes de surfaces de réponses

Les graphiques des surfaces des modèles quadratiques et des effets sont présentés sur le **(Tableau 15)** les diagrammes permettent de mettre en relief les effets linéaires quadratiques et interactifs sur chaque variable dépendante.

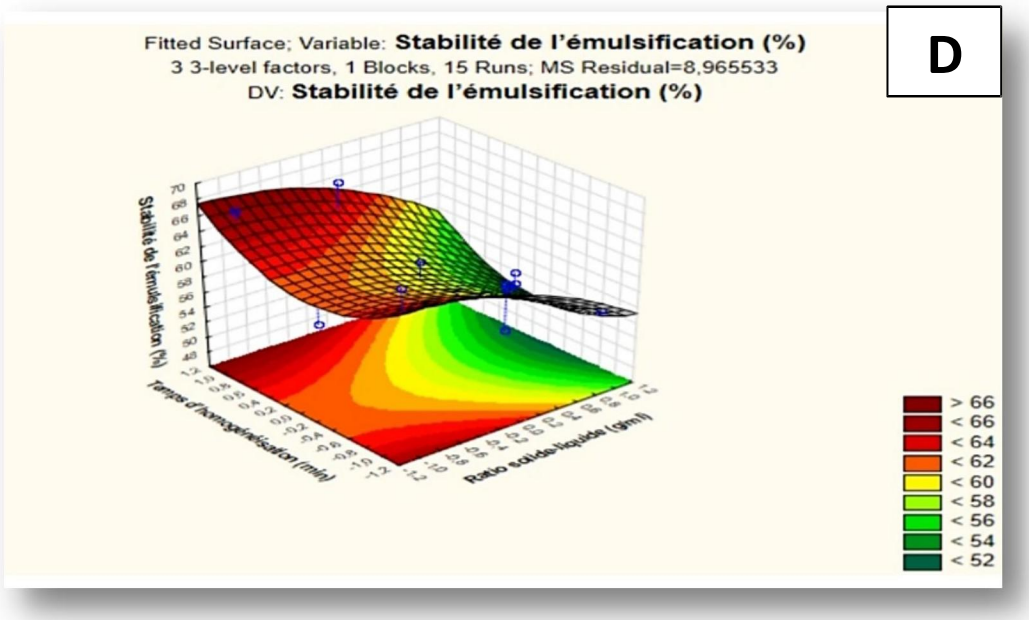


Figure 27 : Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (D)

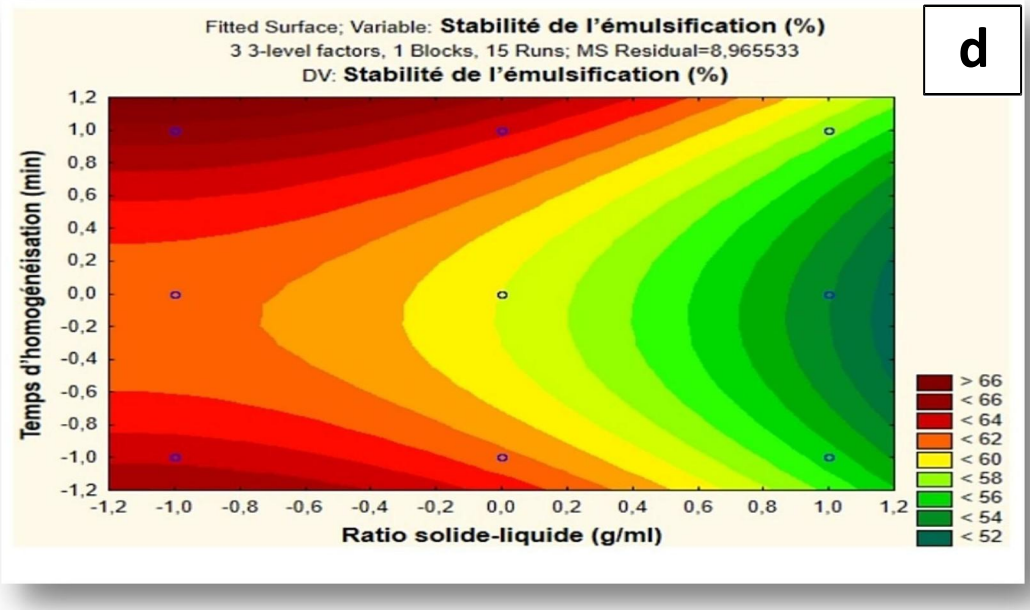


Figure 28 : Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de poudre de ctrouille en fonction de temps de d'homogénéisation et le ratio solide-liquide (d)

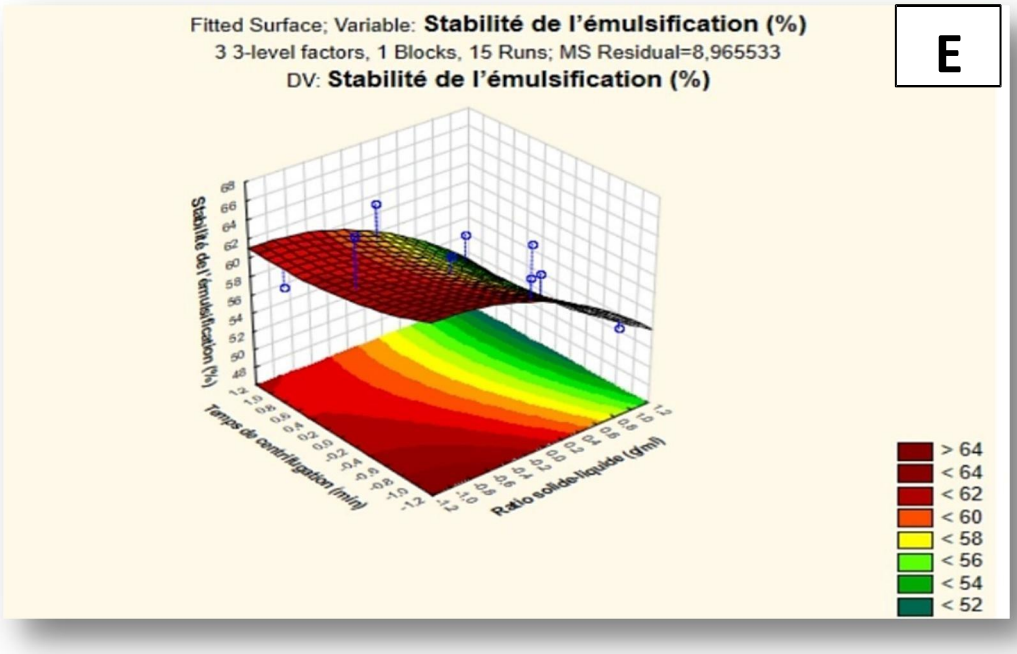


Figure 29: Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et ratio solide-liquide(E)

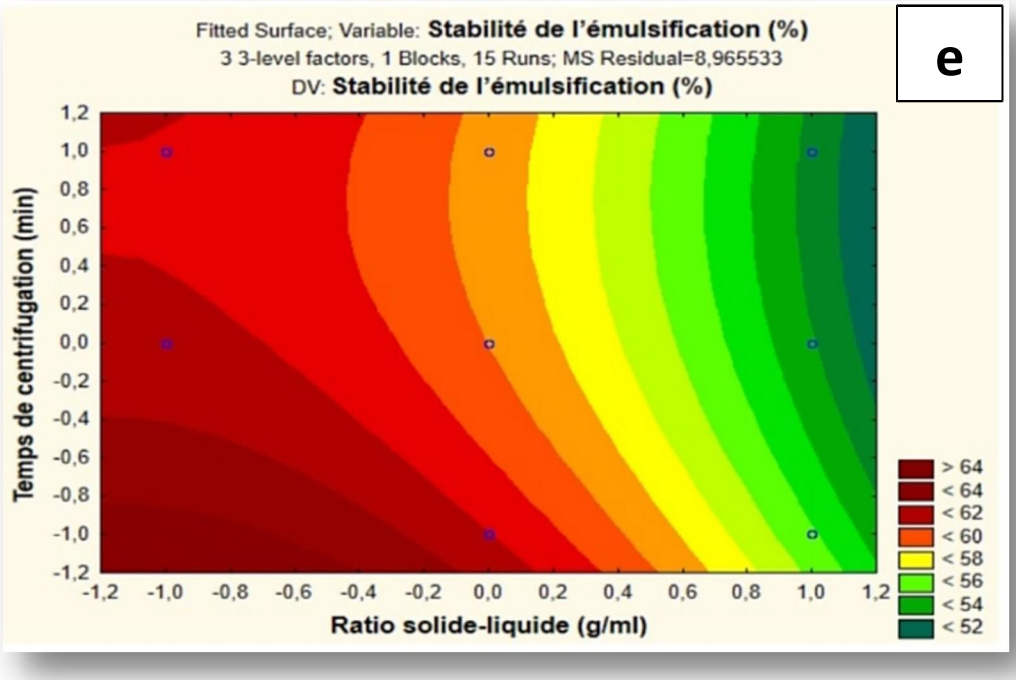


Figure 30 : Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide (e)

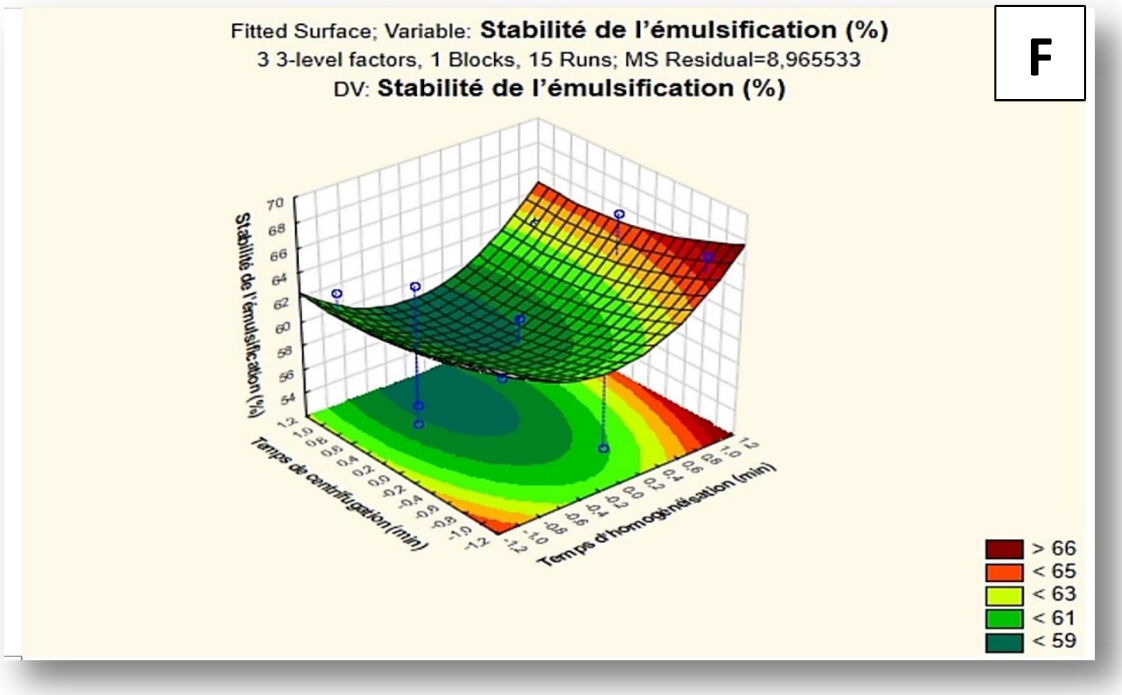


Figure 31: Surfaces de réponse 3D de la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et temps d'homogénéisation (F)

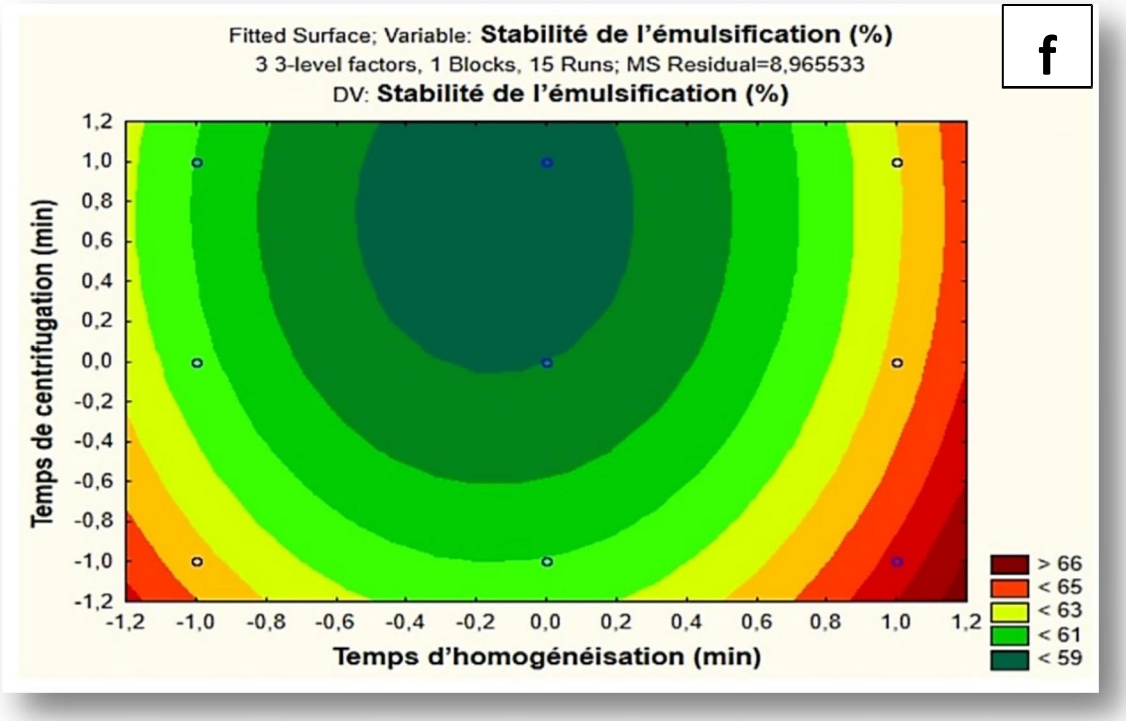


Figure 32 : Tracé de contour 2D De la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et temps d'homogénéisation (f)

6.2.6. Analyse des surfaces de réponse

Les résultats présentés dans les figures (D, d) illustrent l'effet quadratique du ratio solide-liquide ainsi que celui de temps d'homogénéisation. Et les valeurs optimales se trouvent au niveau de (-1,2) pour le ratio solide liquide et (1.2) pour le temps d'homogénéisation.

Les figures (E, e) montrent l'effet linéaire du ratio solide-liquide et l'effet quadratique du temps de centrifugation, la valeur optimale de ratio solide-liquide se trouve au niveau de (-1.2), et la valeur optimale du temps de centrifugation est de (1.2).

Les figures (F, f), montre que les variables du temps d'homogénéisation significative en quadratique, tandis que les variables du temps de centrifugation significative en linéaire, et la valeur optimale du temps d'homogénéisation est de (1.2) et (-1.2) pour le temps de centrifugation.

6.2.7. Profil de désirabilité

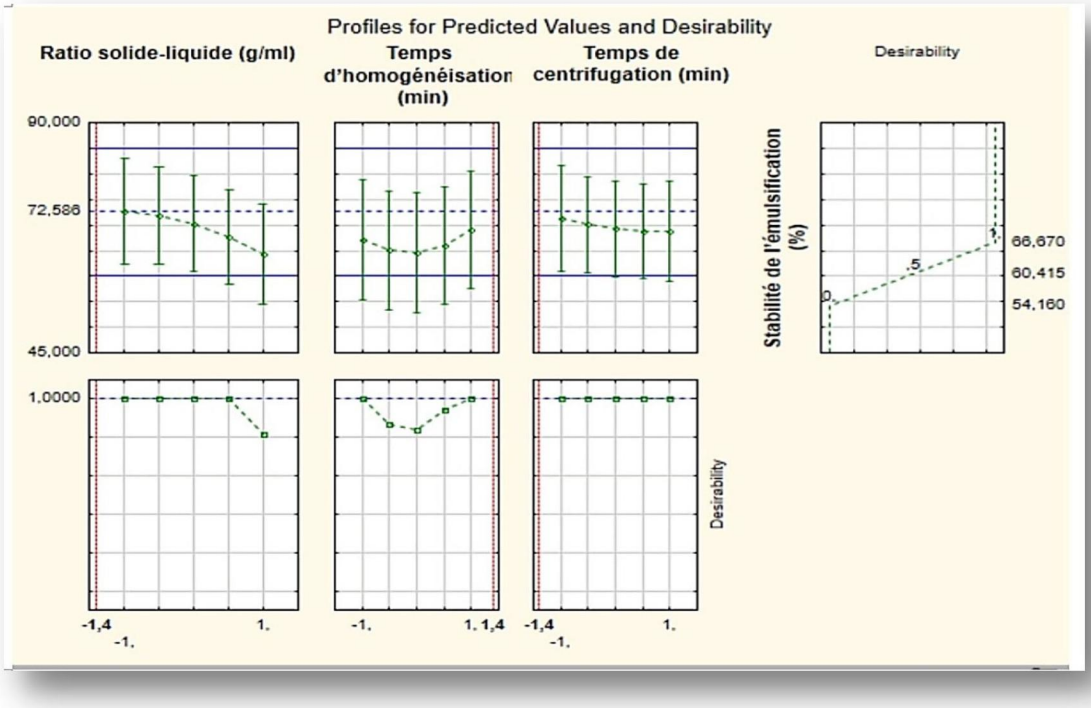


Figure 33 : Profil de la fonction de désirabilité de la stabilité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-1.4), temps d'homogénéisation (1.4) et le temps de centrifugation (-1.4)

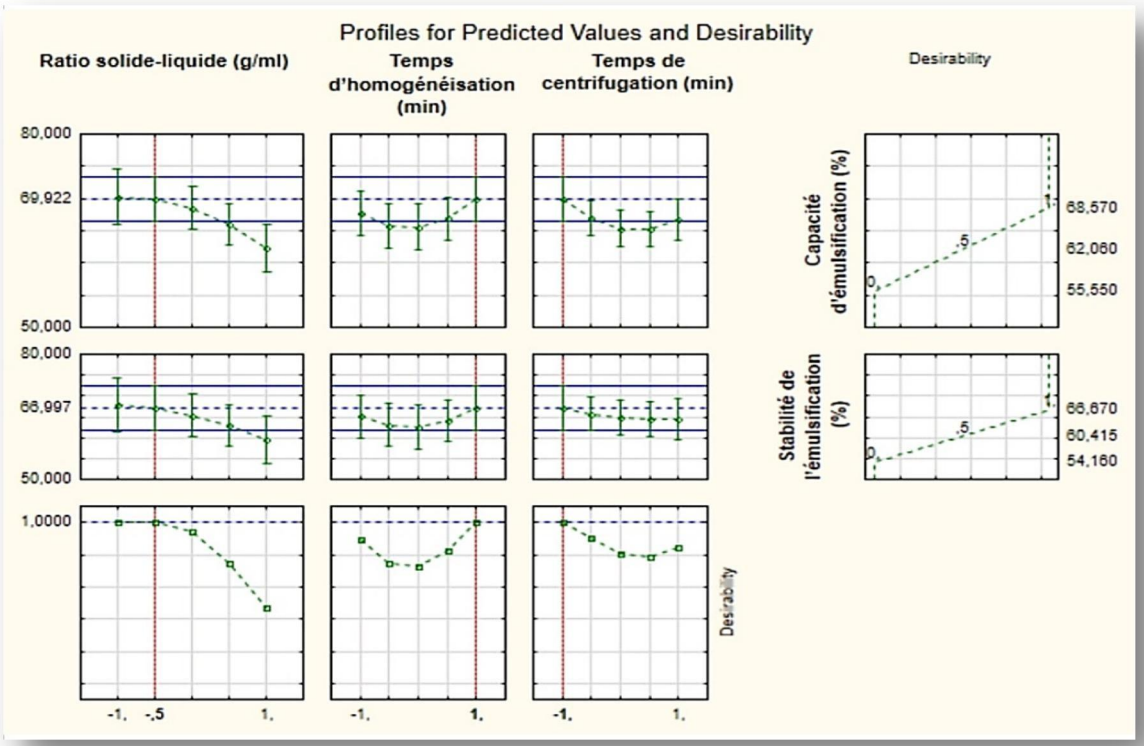


Figure 34 : Profil de la fonction de désirabilité de la stabilité d'émulsification en fonction de ratio solide-liquide (-5), temps d'homogénéisation (1) et le temps de centrifugation (-1)

L'intérêt de cette étude est de déterminer la meilleure combinaison des facteurs influençant la stabilité d'émulsification. La méthode de désirabilité a été utilisée pour optimiser les facteurs pour augmenter la stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille.

Les figures ci-dessous montrent qu'une augmentation de temps d'homogénéisation et diminution de ratio solide-liquide donnant une augmentation de stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille. **La figure 33** montre que lorsque la valeur de ratio solide-liquide est fixée à (-1.4), le temps d'homogénéisation à (1.4) et la stabilité d'émulsification atteint (66.87%).Et la diminution de ratio solide liquide à (-0.5) et l'augmentation de temps d'homogénéisation (1) qui permet atteindre jusqu'à (66.87) de stabilité d'émulsification comme il est montré dans la **figure 34**.

Une émulsion est une combinaison de deux liquides (ou plus) normalement non miscibles. La capacité d'émulsification peut être définie par la résistance aux changements et altérations des propriétés physico-chimiques d'un aliment sur une période de temps, contre plusieurs mécanismes dans la floculation la coalescence et le crémage **(Awuchi *et al.*, 2015).** Le résultat obtenu dans notre expérimentation est proche de celui obtenu par **yadav *et al.* (2016)**, à savoir (72%). La même source explique cette capacité d'émulsification par la richesse en fibres.

La capacité d'émulsification obtenue par **Dananjaya et Ali (2017)** est de (73 %) tandis que celle de la patate douce est de (70%) (**Wani *et al.*, 2012).** Pour d'autres poudres de légumes, elle est de (71 %) pour la carotte **(Sharma *et al.*, 2011),** et de (82 %) pour les petits pois **(Bouzid *et al.*, 2010).** Ainsi, la capacité d'émulsification de notre poudre peut être considérée comme moyenne à élever, ce qui en fait un émulsifiant intéressant pour la formulation de produits alimentaires complexes **(Tableau 16).**

Tableau 16 : Utilisation de la poudre de citrouille **Aziz *et al.*, (2022).**

Secteur	Produit alimentaire	Additif	Fonction
Viande	Boulettes de viande de bœuf	Farine de graines de citrouille	Remplacement de matière grasse
	Boulettes de viande faibles en gras	Farine de citrouille, germe de blé et poudre de datte	Remplacement de matière grasse
	Gâteau éponge au riz	Farine de citrouille	Le volume du pain diminue avec l'augmentation de la farine de citrouille
	Viande	Citrouille et poudre de citrouille	Matière grasse réduite, légèreté de la pâte, mâche accrue
	Steaks hachés de bœuf	Graines et pulpe de citrouille	Aucune modification de texture, mais réduction de l'humidité
	Boulettes de viande	Poudre de carotte et de citrouille	Augmentation des glucides et amélioration des propriétés organoleptiques
	Bœuf	Poudre de citrouille	Stabilité de l'émulsion accrue
	Poisson	Citrouille	Amélioration de la qualité de l'huile chez le poisson koi
Boulangerie	Pain	Farine de citrouille	Valeur nutritionnelle élevée : richesse en fibres, cendres et bêta-carotène
	Cookies	Poudre de citrouille + farine de blé	Faible teneur en matières grasses et glucides réduits
	Muffins	Poudre de citrouille	Augmentation de la valeur nutritive
Boissons	Jus	Citrouille	Caractéristiques fonctionnelles accrues et qualité sensorielle améliorée
	Jus d'ananas	Pulpe de citrouille	Réduction de la constipation
	Smoothies	Purée de citrouille	Apport nutritionnel
	Jus de mangue	Purée de citrouille	Amélioration de la santé

Produits laitiers	Fraise + lait	Pulpe de citrouille	Renforce le système immunitaire
	Lait céréales	Pulpe de citrouille	Agit comme antioxydant
	Yaourt	Pulpe de citrouille	Amélioration de la santé intestinale
	Crème glacée	Produit à base de citrouille	Effets bénéfiques photochimiques et rétention de la couleur
	Fromage frais	Poudre issue de la pulpe de citrouille	Qualité accrue et variété des produits fromagers

Conclusion

En conclusion, ce travail a mis en évidence le potentiel de la poudre de citrouille comme alternative prometteuse aux additifs synthétiques dans la formulation de produits agroalimentaires.

Grâce à sa richesse en fibres et en nutriments, la poudre obtenue par séchage convectif a démontré des capacités d'émulsification satisfaisantes (68, 58 %) ainsi qu'une bonne stabilité (66, 87 %), permettant son intégration dans des formulations complexes.

L'optimisation, réalisée via un plan de mélange, a également montré qu'un pain élaboré avec (1,5 %) de poudre de citrouille et (0,05 %) de xanthane pouvait être bien accepté, sans recours à d'autres additifs, et présenter une capacité de gonflement notable par rapport au pain dépourvu de poudre de citrouille.

Les analyses physico-chimiques et microbiologiques ont confirmé la qualité et la sécurité hygiénique de la poudre et du pain obtenus, ouvrant ainsi la voie à de nouvelles applications, notamment dans les produits carnés transformés et les produits laitiers.

Pour approfondir ces résultats, il serait pertinent d'étendre l'étude aux propriétés fonctionnelles, telles que la solubilité, ainsi que de tester l'incorporation de la poudre de citrouille dans des pains sans gluten, afin de diversifier les opportunités d'utilisation dans l'industrie agroalimentaire.

Références Bibliographique

A E Kurian, P G Prabhakara Rao, A Nagender, K Srinivasulu & K Sathiya Mala. (2021). Studies on development of instant pumpkin soup tablets and evaluation of storage stability. *Indian Journal of Traditional Knowledge*, 20(2), 486-491.

Abusaloua, L., Zhou, K., Zhou, W., & Zhong, J. (2019). Food additives and human health: *A review Food Research International*, 116, 11–21.

Achilonu, M.C., Nwafor, I.C., Umesiobi, D.O., Sedibe, M.M. (2018). Biochemical proximates of pumpkin (Cucurbitaeae spp.) and their beneficial effects on the general well-being of poultry species. *Journal of Animal Physiology and Animal Nutrition*, 102, 5–16.

Adams GG, Imran S, Wang S, Mohammad A, Kok S, Gray DA, Harding SE. (2011). The hypogly-caemic effect of pumpkins as antidiabetic and functional medicines. *Food Res Int*, 44: 862–867.

Adeyeye, S. A. O., Abegunde, T. O., & Olatidoye, O. P. (2022). Influence of drying methods on nutritional quality of pumpkin powder. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(2),Article e16261.

Aghili MH. (2009). Makhzan-al-Advia. Edited by Rahimi R, Shams Ardekani MR, Farjadmand F. Tehran : Tehran University of Medical Sciences.

Ahmad G, & Khan, Abrar A. (2019). Pumpkin : Horticultural Importance and Its Roles in Various Forms; a Review. *International Journal of Horticulture & Agriculture*, 4(1),1-6.

Akhtar, M., & Dickinson, E. (2007). Emulsifying properties of whey protein–dextran conjugates at low pH and different salt concentrations. *Food Hydrocolloids*, 21(5–6), 676–

Aktaş, E., Koç, H., Çalışkan Koç, N., & Çağındı, Ö. (2024). Effects of pumpkin powder addition on the technological properties of food products. *Journal of Food Processing and Preservation*, 48(3), Article e17890.

Alabassi, F. M., Al-Hassan, F. M., & Hashim, N. (2020). Antibacterial activity of pumpkin fruits. *International Journal of Pharmaceutical Research*, 12(1), 1–5.

Al-Anoos I.M, El-dengawi R, & Hasanin H.A. (2015). Studies on Chemical Composition of Some Egyptian and Chinese pumpkin (Cucurbita maxima) Seed Varieties. *Journal of Plant Science and Research*, 2(2), 137.

Ali, A., Zahoor, T., & Manzoor, M. F. (2019). Comparative study on functional and nutritional properties of beetroot powder and beetroot pomace powder. *Pakistan Journal of Agricultural Sciences*, 56(2), 333–340.

AOAC. (2000). Official Methods of Analysis (17e éd.). Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, MD, USA.

Apfelbaum M, & Romon M. (2009). Additifs alimentaires. Paris : *Elsevier Masson. Diététique et nutrition (7e édition)*, 470-86.

Ashiq Hussain, Tusneem Kausar, Ahmad Din, Anjum Murtaza, Muhammad Abdullah Jamil, Saima Noreen, Muhammad Azhar Iqbal. (2021). Antioxidant and Antimicrobial Properties of Pumpkin (Cucurbita maxima) Peel, Flesh and Seeds Powders. *Journal of Biology, Agriculture and Healthcare*, 11(6), 1-10.

Ashiq Hussain, Tusneem Kausar, Sawera Sehar, Ayesha Sarwar, Muhammad Yousaf Quddoos, Jawed Aslam, Atif Liaqat, Tahira Siddique, Qurat Ul An, Samina Kauser, Abdul Rehman and Awuchi, C. G., Igwe, V. S., & Echeta, K. A. (2015). Functional properties of food starches. *International Journal of Advanced Academic Research*, 1(11), 139–160.

Aziz, A.; Noreen, S.; Khalid, W.; Ejaz, A.; Faiz Ul Rasool, I.; Maham, M.A.; Farwa, J.M.; Ercisli, S.; Okcu, Z.; Marc, R.A.; et al. Pumpkin and Pumpkin Byproducts: Phytochemical Constitutes, Food Application and Health Benefits. ACS Omega 2023, 8, 23346–23357.

Azizi, M.H., & Rao, G.V. (2004). Effect of surfactants on dough and bread characteristics. *Journal of Food Processing and Preservation*, 28(2), 115–124.

Badr Sherif E.A., Mohamed Shaaban, Yehya M. Elkholy, Maher H. Helal, Akila S. Hamza, Mohamed S. Masoud, Mounir M. El Safty. (2013). Chemical composition and

biological activity of ripe pumpkin fruits (*Cucurbita pepo L*.) cultivated in Egyptian habitats. *Nat. Prod. Res.: Formerly Nat. Prod. Letters*, 25 (16), 1524-1539.

Barrett L, , Geddes J.E, & Mangano S.F,. (2003). Chewy Confectionery Product. United States Patent. US. 6531174.

Bemfeito, C.M.; Carneiro, J.D.S.; Carvalho, E.E.N.; Coli, P.C.; Pereira, R.C.; Vilas Boas, E.V.B. Nutritional and functional potential of pumpkin (Cucurbita moschata) pulp and pequi (CaryocarbrasilienseCamb.) peel flours. *J. Food Sci. Technol*, 57, 3920–3925.

Benalia M, Djeridane A, Gourine N, Nia S, Ajandouz E, & Yousfi M. (2015). Fatty acid profile, tocopherols content and antioxidant activity of Algerian pumpkin seeds oil (Cucurbita pepo L). *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, 8(1), 9-25.

Bingham N.H, & Fr .J.M. (2010). Regression : Linear Models in Statistics. Springer Undergraduate Mathematics Series. Springer London.

Bourrier.T. (2006). Intolérances et allergies aux colorants et additifs. *Revue Française d'Allergologie et d'Immunologie Clinique*, 46(2), 68-79.

Bouzid, S., Khemakhem, B., & Attia, H. (2010). Effect of incorporation of date powder on biscuit quality. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(4), 701–706.

Boye J.I, Aksay S, Roufik S, Ribéreau S, Mondor M, Farnworth E, & Rajamohamed S.H. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43, 537-546.

Branen A. (1975). Toxicology and biochemistry of butylated hydroxyanisole and butylated hydroxytoluene. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 52, 59-63.

Brown, R. J. (2021). Functional properties of pumpkin derivatives. In L. M. James (Ed.), Advances in food formulation and preservation (pp. 711-- 733).Cambridge University Press.

Chantrapornchai, W., Clydesdale, F. M., & McClements, D. J. (2010). Influence of thermal processing on the stability of emulsions stabilized by beta-lactoglobulin–pectin complexes. *Food Hydrocolloids*, 24(6–7), 652–660.

Chelladurai, M., Jayas, D. S., & White, N. D. G. (2021). Application of response surface methodology in food processing: *A review. Food Reviews International*, 37(4), 321–345.

Chen L, Huang G. (2019). Antioxidant activities of phosphorylated pumpkin polysaccharide. *International Journal of Biological Macromolecules* , 125, 256-261.

Chen X, Ren L, & Li M. (2017). Effects of clove essential oil and eugenol on quality and browning control of fresh-cut lettuce. *Food Chemistry*, 214, 432-439.

Chika C.O, Ada I.O, Clifford I, & Jude O. (2013). "Production of soup condiments (ogiri ugu) from fluted pumpkin seed using Bacillus subtilis", *International Journal of Life Science,* 2 (3), 113-120.

Chikpar, J., Okoye, J. I., & Nwosu, J. N. (2023). Optimization of composite bread using wheat, sweet potato, and pumpkin flours employing D-optimal mixture design. *International Journal of Food Science*, 3(1),2.

Chomicki G, Schaefer H, & Renner S.S. (2020). Origin and domestication of Cucurbitaceae crops : Insights from phylogenies, genomics and archaeology. *New Phytol*, 226, 1240–1255.

Christian Chukwuemeka Ike. (2020). Peace Chika Emeka-Ike and Happiness Odinakachi Ogwuegbu. Nutritional and microbiological qualities of pumpkin (Cucurbita pepo) seed composite flours. *GSC Biological and Pharmaceutical Sciences*, 12(03), 051-060.

Codex Alimentarius. (2019). Normes alimentaires internationales FAO OMS normes générale pour les additifs alimentaires REVISION ».

Codina, G. G., Mironeasa, S., & Mironeasa, C. (2017). Optimization of wheat flour dough rheological parameters using response surface methodology. *Journal of Food Quality*, 2017, Article ID 5380567

Çoklar H, & Akbulut M. (2017). Effect of sun, oven and freeze-drying on anthocyanins, phenolic compounds and antioxidant activity of black grape (Ek¸sikara) (Vitis vinifera L.). *S. Afr. J. Enol. Vitic*, 38, 264–272.

Creighton J, Goupy J. (2006). Introduction aux plans d'expériences—3ème édition—Livre+CD-Rom. Technique et ingénierie.

Dabash V., Iva Burešová I., Tokár M., Zacharová M., Gál R. (2017). The effect of added pumpkin flour on the sensory and textural quality of rice bread. *Journal of Microbiology, Biotechnology, and Food Sciences*, 6(6), 1269–1271.

Dananjaya, S. H. S., Samarakoon, K. W., Lee, J., Jee, Y., & Jeon, Y. J. (2017). In vitro anti-inflammatory and antioxidant activities of Sri Lankan brown seaweed Sargassum ilicifolium. *Algae*, 32(2), 153–160.

Dar A.H, Sofi SA, & Rafiq S. (2017). Pumpkin the functional and therapeutic ingredient : *A review*, *International Journal of Food Science and Nutrition* , 2(6), 165-170.

Dariush Zarei, Ghobad Shabani, Mohammad Reza Chaichi and Ali Akbarabadi. (2016). Effects of head pruning and different nutritional systems (Chemical, Biological and Integrated) on seed yield and oil content in medicinal Pumpkin (Cucurbita pepo L.). Journal of Agricultural Sciences. 61 (1), 103-112.

De Oliveira, L. F., da Silva, W. P., & de Carvalho, M. G. (2019). Application of response surface methodology for optimization in food processes: *A review, Food Science and Technology*, 39(1), 1–7.

Diezi M, Buclin T, & Diezi J. (2011). Additifs alimentaires et troubles de l'attention/hyperactivité chez l'enfant. *Paediatrica*, 22(5).

Doymaz, İ. (2010). Drying of pumpkin slices: Effect of drying conditions on moisture loss and drying kinetics. *Journal of Food Process Engineering*, 33(4), 661–678.

Doymaz, İ. (2012). Evaluation of some thin-layer drying models of persimmon slices (Diospyros kaki L.). *Energy Conversion and Management*, 56, 199–205.

Dyshlyuk, L. S., Potoroko, I. Y., Zaitsev, Y. V., & Trufanova, T. S. (2017). Influence of pumpkin powder on bread quality and nutritional value. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(6), Article e13259.

EFSA. (2015). European Food Standards Agency. Current EU approved additives and their E Numbers.

Erbaş, M., Certel, M., & Uslu, M. K. (2016). Use of response surface methodology for the optimization of functional properties of food powders. *Food Chemistry*, 197, 821–829.

Evans, G, de Challemaison, B, & Cox, D. N. (2010). Consumers' ratings of the natural and unnatural qualities of foods. *Appetite*, 54(3), 557-563.

FAOSTAT. (2017). Statistic Database. Available online : Http://faostat.fao.orge.

FAOSTAT. (2022). Https://www.fao.org/statistics/fr,.

FAOSTAT. (2022).https://atlasbig.fr/pays-par-production-de citrouilles

Farooq Z, & Boye J. I. (2011). Novel food and industrial applications of pulse flours and fractions. In : Tiwari Brijesh K., Gowen Aoife and McKenna Brian, Pulse foods : Processing, quality and nutraceutical applications. *Amsterdam*, *Elsevier*. 475 P.

Fernandez, X, Kerverdo, S, Duñach, E, & Lizzani-Cuvelier,E(2003).Thio Diels-Alder reactions of A;b-unsaturated 1,3-oxathiolanes with aliphatic olefins and 1,3-dienes. Tetrahedron Letters, 44(44), 8841-8844.

Goetz, P., Le Jeune, R. 2010. Huile de graine de courge, Cucurbita pepo convar. Citrullina var. styriaca. *Phytothérapie*, 8(2), 1-5.

Gong, L., Paris, H.S., Nee, M.H., Stift, G., Pachner, M., Vollmann, J., Lelley, T. (2012): Genetic relationships and evolution in Cucurbita pepo (pumpkin, squash, gourd) as revealed by simple sequence repeat polymorphisms. *Theory Application Genetic*, 124(5), 875-891.

Grubben G.J.H, & Denton O.A. (2004). Plant Resources of Tropical Africa 2. Vegetables; PROTA Foundation : *Wageningen, The Netherlands*, 261–268.

Guaouar, Z. L, Besseguir, F. Z., Gharbi, M, & Kecir, I. (2022). Additifs alimentaires : Inventaire des substances ajoutées aux denrées alimentaires de large consommation dans l'Ouest algérien.

H. Y. Hang, Y. C. Lai, C. W. Chiu, & J. M. Yeh, J. (2003). Chromatogr. 993 , 153.
Hager, A, S., E. Zannini and E.K. Arendt. 2012. Formulating Breads for Specific Dietary

Hammer, K. A., Carson, C. F., & Riley, T. V. (1999). Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. *Letters in Applied Microbiology*, 29(4), 269–275.

Henriques F, Guiné R. P, & Barroca M. J. (2012). Influence of drying treatment on physical properties of pumpkin. Hrvatski časopis za prehrambenu tehnologiju, biotehnologiju i nutricionizam, 7 (SPECIAL ISSUE-7th), 53-58.

Hosen M, Rafii M. Y, Mazlam N, Jusoh M, Oladosu Y, Chowdhury M. F. N, & Khan M. M. Hosen, M. Z., Islam, M. R., & Rahman, M. M. (2021). Pumpkin: Nutritional and therapeutic importance for human health. *Nutrition and Food Science*, 7(10), 352 .

Hosen M, Rafii M. Y, Mazlam N, Jusoh M, Oladosu Y, Chowdhury M. F. N, & Khan M. M. Hosen, M. Z., Islam, M. R., & Rahman, M. M. (2021). Pumpkin: Nutritional and therapeutic importance for human health. *Nutrition and Food Science*, 51(6), 1115–1127.

Houghton M. (2002). The American Heritage Food Science Dictionary.

Huang M.T, & Ferraro T. (1992). Phenolic compounds in food and cancer prevention. In : Phenolic Compounds in Food and Their Effects on Health II. *ACS Symposium Series*, 507, 8-34.

IANOR. (2001). NA 6494:2001 – Produits alimentaires – Détermination de la teneur en matières grasses par extraction avec un solvant (Méthode Soxhlet). 1re édition. Alger, Algérie : Institut Algérien de Normalisation. Méthode décrite aux pages 3–6.

IANOR. (2016). NA 15204:2016 – Produits alimentaires – Détermination de la teneur en cendres par incinération. Alger, Algérie : Institut Algérien de Normalisation. Méthode d'essai, p. 4.

Ibrahim Hoxha, Besiana Hoxha, Gafur Xhabiri, Nexhdet Shala, Adem Dreshaj, Namik Durmishi. (2023). The Effect of the Addition of Pumpkin Flour on the Rheological, Nutritional, Quality, and Sensory Properties of Bread. *Ecological Engineering & Environmental Technology*, 24(7), 178–185.

Idouraine A, Khan MJ, Kohlhepp EA, Weber CW, Warid WA andMalrinez- Tollez JI. (1996). Nutrient constituents from light lines of naked squash (Cucurbita pepo L.). *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 44(3), 721-724.

Ilkay, M., & Aziz, F. (2011). Determination of titratable acidity in fruit products and their impact on quality. *International Journal of Food Science and Technology*, 46(5), 1020–1025.

Inetianbor J.E, Yakubu J.M, & Ezeonu S.C. (2015). Effects of Food Additives and Preservatives on Man- A Review *Asian Journal of Science and Technology*,2015 6 : 1118-1135.

Islam M, Jothi J.S, Habib Md.R, & Iqbal A. (2014). Evaluation of Nutritional and Sensory Quality Characteristics of Pumpkin Pies. *International Journal of Emerging Trends in Science and Technology* , 01(07), 1091-1097.

Ji X, Pen B, Ding H, Cui B, Nie H, & Yan Y. (2023). Purification, structure and biological activity of pumpkin polysaccharides : *A review. Food Reviews International*, 39(1), 307-319.

Kampuse S., Ozola L., Straumite E., Galoburda R. (2015). Quality parameters of wheat bread enriched with pumpkin (Cucurbita moschata) by-products. Acta Universitatis Cibiniensis Series E: *Food Technology*, 19(2), 1–14.

Kaur S, Panghal A, Mann S, Khatkar S. K, Sharma P, & Chhikara N. (2020). Functional and nutraceutical properties of pumpkin–a review. *Nutrition & Food Science*, 50(2), 384-401.

Kiharason J. W, Isutsa D. K, & Ngoda P. N. (2017). Effect of drying method on nutrient integrity of selected components of pumpkin (Cucurbita moschata Duch.) fruit flour. *ARPN Journal of Agricultural and Biological Science*, 12(3), 110-116.

Kiharason J. W., Isutsa D. K. (2019). Shelf-life of pumpkin fruit slices, flour and blended products. *International Journal of Food Science and Biotechnology*, 4(1), 14–25

Kim, M.Y., Kim E.J, Kim Y.N, Choi C, Lee B.H.(2012). Comparison of the chemical compositions and nutritive values of various pumpkin (Cucurbitaceae) species and parts. *Nutr. Res. Pract*, 2012, 6, 21–27.

Kocyan A, Zhang L-B, Schaefer H, Renner SS. (2007). A multi-locus chloroplast phylogeny for the Cucurbitaceae and its implications for character evolution and classification. *Molecular Phylogenetics and Evolution* 44, 553–577.

Kohajdova, Z., Karovicova, J. 2007. Effect of incorporation of spelt flour on the dough properties and wheat bread quality. *Żywność Nauka Technologia Jakość*, 53 (4), 36-45.

Krimer-Malesevic, N. (2020). Medicinal and functional properties of pumpkin. *Food and Feed Research*, 47(1), 29–38.

Krog, N. (1981). Theoretical aspects of surfactants in breadmaking. *Cereal Chemistry*, 58(3), 158–164.

Külcü, N., Taş, M., & Kara, H. (2024). Toxicological impact of food additives: *A review. Toxicology Reports*, 11, 100–110.

Ladjal Ettoumi Y. (2016). Etude des propriétés techno-fonctionnelles de quelques légumineuses et les propriétés émulsifiantes de leurs isolats protéiques pour l'incorporation dans les aliments. (Mémoire de master, Ecole supérieure en sciences de l'aliment et des industries agroalimentaire, Alger)

Lee H.-Y, Jang S, Yu C.R, Kang B. C, Chin J.H, & Song K. (2021). Population Structure and Genetic Diversity of Cucurbita moschata Based on Genome-Wide High-Quality SNPs. *Plants*, 10, (1),56.

Lim, T. K. 2012. Cucurbita pepo, In Edible Medicinal and Non-Medicinal Plants. Volume 2, 281-294.

Lima M, Rocha L.A, & Molina E.F. (2008). Thermoanalysis of soybean oil extracted by two methods. *Quimica Nova*,31, 527-529.

Ma Z, & Boye J. I. (2013). Advances in the Design and Production of Reduced-Fat and Reduced Cholesterol Salad Dressing and Mayonnaise : *A Review. Food Bioprocess & Technology*, 6, 648-670.

Maheshwari P, Prasad N, & Batra E. (2015). Papitas -The Underutilized Byproduct and the Future Cash CropA Review. *American International Journal of Research in Formal, Applied & Natural Sciences*, 31-34.

Mao, X., Hua, Y., Chen, G., & Zhao, W. (2021). Functional properties and structure characterization of beetroot protein isolate and its application in emulsion stability. *Food Hydrocolloids*, 112, Article 106270.

Martha R, & Gutierrez P. (2016). "Medicinal chemistry review of Cucurbita pepo (pumpkin) its phytochemistry and pharmacology", *International Journal of Pharmacology and Phytochemistry Research*, 9 (9), 1190-1194.

McClements D. J, & Piorkowski D. T. (2014). Beverage emulsions : Recent developments in formulation, production, and applications. *Food Hydrocolloids*, 42, 5-41.

McClements D. J. (2009). Biopolymers in Food Emulsions : In Kasapis, Norton, and Ubbink : Modern Biopolymer Science. Elsevier Inc.

McClements D. J. (2011). Edible nanoemulsions : Fabrication, properties, and functional performance. *Soft Matter*, 7(6), 2297-2316.

McClements, D. J. (2005). Food Emulsions: Principles, Practices, and Techniques (2e éd.). CRC Press, Boca Raton, FL, USA.

Méthode n° 2001.11 – Protein (Crude) in Animal Feed and Pet Food: Combustion Method (Kjeldahl), 22–33.

Méthode n° 920.39 – Fat (Crude) or Ether Extract in Flour, Feed and Grain, 32–35.

Méthode n° 925.10 – Moisture in Flour – Oven Drying Method, 30–31.

Minarovičová, L., Lauková, M., Kohajdová, Z., Karovičová, J., Kuchtová, V. 2017. Effect of pumpkin powder incorporation on cooking and sensory parameters of pasta. Potravinarstvo Slovak Journal of Food Sciences, 11(1), 373-379

Minitab Inc. (2019). Minitab 18 support. « https://support.minitab.com/en-us/minitab/18 ».

Mishra, S., & Singh, A. (2021). Immunity boosting bar for the female athlete at household level DURID COVID-19. *European Journal of Molecular & Clinical Medicine*, 8(3), 929–938.

Montgomery, D. C. (2017). Design and Analysis of Experiments (9e éd.). *Wiley*,264–267.

Mukherjee, S., Pal, D. 2021. Cucurbita pepo and Cucurbitacin in the Management of Antiproliferation by JAK/STAT Pathway. *Indian journal of pharmaceutical education and research*, 55(1), 1-10.

Myers R.H, Montgomery D.C., & Anderson-Cook C.M. (2009). Response Surface Methodology : Process and Product Optimization Using Designed Experiments. Wiley Series in Probability and Statistics..

Myers, R. H., & Montgomery, D. C. (1995). Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments (Chapitre sur les extrémités de mélange sous contraintes). John Wiley & Sons.

Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2016). Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments (4e éd.). Wiley.

Nawirska-Olszańska, A., Biesiada, A., Sokół-Łętowska, A., & Kucharska, A. Z. (2011). Content of bioactive compounds and antioxidant capacity of pumpkin puree enriched with apple pulp. *Acta Scientiarum Polonorum Hortorum Cultus*, 10(4), 51–61.

Nguyen T. H. (2015). Étude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux (Doctoral dissertation, Université de Bretagne Sud).

Nguyen, T. L., Bhandari, B., & Nguyen, M. H. (2015). Drying characteristics and quality of foam mat dried pumpkin powder. *International Journal of Food Science & Technology*, 50(11), 2420–2426.

Nikolaos Polyzos , Ângela Fernandes , Ricardo C. Calhelha , Jovana Petrovi´c , Marina Sokovi´c ,Isabel C. F. R. Ferreira , Lillian Barros and Spyridon A. Petropoulos.(2024). Biochemical Composition of Pumpkin Seeds and Seed By-Products. *Plants*, 13, 2-14

Omwamba, M., & Mahungu, S. M. (2014). Development of a protein-rich ready-to-eat snack from amaranth (Amaranthus hypochondriacus L.) and pumpkin seeds. *Food and Nutrition Sciences*, 5(5), 440–448.

Orsat V, Changrue V, & Raghavan G.S.V. (2006). Microwave drying of fruits and vegetables. *Stewart Postharvest Rev*, 2, 1–7.

Ozyurt, G., & Ötles, S. (2016). Functional properties of vegetable powders: *A review. Food Reviews International*, 32(3), 282–299.

Paris HS (2008) Summer squash. In: Prohens J, Nuez F (eds) Handbook of plant breeding, Vegetables I. *Springer, New York*, 351–379.

Pearce, K. N., & Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: Evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 26(3), 716–723.

Pereira, A.M.; Krumreich, F.D.; Ramos, A.H.; Krolow, A.C.R.; Santos, R.B.; Gularte, M.A. (2020). Physicochemical characterization, carotenoid content and protein digestibility of pumpkin access flours for food application. *Food Sci. Technol*, 40, 691–698.

Pressman, P, Clemens, R, Hayes, W, & Reddy, C. (2017). Food additive safety : A review of toxicologic and regulatory issues. *Toxicology Research and application*,1, 2397847317723572.

Provesi J.G., & Amante E.R. (2015). Carotenoids in Pumpkin and Impact of Processing Treatments and Storage – Chapter 9 in PROCESSING AND IMPACT ON ACTIVE COMPONENTS IN FOOD, edited by Victor Preedy, Academic Press is an imprint of Elsevier.

Rabia Adeel Rabia Adeel, Asma Sohail Asma Sohail, Tariq Masud Tariq Masud. (2014). Characterization and antibacterial study of pumpkin seed oil (Cucurbita pepo). *Lifesciences Leaflets*, (49), 53-64.

Rahman M.M, Juahir H, Islam M. H, Khandaker M.M, Ariff T. M, Mohd W, & wan Nik N. (2019). Prophetic vegetable Pumpkin, Its impressive health benefits and total analysis. *Bioscience Research* , 16(4), 3987-3999.

Rakcejeva, T., Galoburda, R., Cude, L., & Strautniece, E. (2011). Use of dried pumpkins in wheat bread production. *Procedia Food Science*,1,441-447.

Rasdi, N. Z. A., Rahman, R. A., & Aziz, N. A. A. (2024). Techno-functional properties of pumpkin powder in food applications. *Journal of Food Science and Technology*, 61(2), 387–396.

Ratti C. (2009). Advances in Food Dehydration. In Dehydration of Foods; Araya-Farias, M., Ratti, C., Eds.; CRC Press : Boca Raton, FL, USA.

Redbook.II. US FDA. (2014). Overview of food ingredients, additives and colors. International Food Information Council (IFIC) and U.S. Food and Drug Administration.

Requirement. In: Cauvin, S.P. (Ed), Bread Making: Improving Quality, CRC Press, Boca Raton,

Rioux L.E. (2007). Characterization of polysaccharides extracted from brown seaweeds. Carbohydrate Polymers; 69, 530-537.

Rizwan Nisar. (2023). A review on biochemical constituents of pumpkin and their role as pharma foods; a key strategy to improve health in post COVID19 period. Food Production, *Processing and Nutrition*, 5(22), 2-14.

Roongruangsri, W., & Bronlund, J. E. (2016). Effect of drying methods on physical properties, color and microstructure of pumpkin powder. *Procedia Food Science*, 1, 1747–1753.

Santos, F. G., Leonel, M., & Mischan, M. M. (2018). Application of mixture design to study the effect of different gluten-free flours on the characteristics of gluten-free bread. Food Science and Technology International, 24(7), 607–617.

Schaefer H, Renner SS. 2011b. Cucurbitaceae. In: Kubitzki K, ed. Families and genera of flowering plants .Berlin, Germany: *Springer Verlag,* 10, 112–174.

Sette P, Salvatori D, & Schebor C. (2016). Physical and mechanical properties of raspberries subjected to osmotic dehydration and further dehydration by air- and freeze-drying. *Food Bioprod. Process*, 100, 156–171.

Sharma, S., Saxena, D. C., & Riar, C. S. (2011). Effect of incorporating sweet potato flour to wheat flour on the quality characteristics of cookies. *African Journal of Food Science*, 5(16), 869–875.

Sicilia T, Niemeyer HB, Honig DM and Metzler M. (2003). Identification and stereochemical characterization of lignans in flaxseed and pumpkin seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 1181–1188.

Singh, A., & Kumar, V. (2022). Nutritional, phytochemical, and antimicrobial attributes of seeds and kernels of different pumpkin cultivars. *Food Frontiers*, 3(1), 182–193.

Sloan A.E. (1998). Food industry forecast : Consumer trends to 2020 and beyond. *Food Technol,* 52 (37).

Souza E.L.D, Almeida E.T.D.C, & Guedes J.P.D.S. (2016). The potential of the incorporation of essential oils and their individualFood Sci Nutr Res, 2022 Volume 5 | Issue 1 | 10 of 10 constituents to improve microbial safety in juices : *A review. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15, 753-772.

Staichok, A.C.B.; Mendonça, K.R.B.; dos Santos, P.G.A.; Garcia, L.G.C.; Damiani, C. (2016). Pumpkin peel flour (Cucurbita máxima L.)–Characterization and technological applicability. *J. Food Nutr. Res*, 4, 327–333.

Stampfli, L., & Nersten, B. (1995). Emulsifiers in bread making. *Food Chemistry*, 52(4), 353–360.

StatSoft, Inc. (2013). Statistica (Version 12) [Logiciel]. Tulsa, OK, USA : StatSoft.

Tadee, P., Chaiyana, W., & Okonogi, S. (2020). Biological activities and antimicrobial properties of pumpkin seed oil. *Journal of Oleo Science*, 69(5), 493–502.

Takahashi T, Toda E, Singh R.B, De Meester F, Wilczynska A, Wilson D, & and Juneja L.R. (2011). "Essential and nonessential amino acids in relation to glutamate", *The Open Nutraceuticals Journal*, 4 (1), 205-212.

Tawheed Amin, H. R. Naik, Syed Zameer Hussain, Abida Jabeen & Monika Thakur. (2018). In-vitro antioxidant and antibacterial activities of pumpkin, quince, muskmelon and bottle gourd seeds. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12, 182–190.

Trasande, L., Shaffer, R. M., Sathyanarayana, S., & the AAP Council on Environmental Health. (2018). *Food additives and child health. Pediatrics*, 142(2).

U.S. Food and Drug Administration (FDA). (2020). Color Additives. In U.S. FDA.

Ukwo, S. P, Ndaeyo, N., & Udo, I. I. (2022). Food additives : Overview of related safety concerns. *Food Sci Nutr Res*, 5(1), 1-10.

Usha R, Lakshmi M, & Ranjani M. (2010). Nutritional, sensory and physical analysis of pumpkin flour incorporated into weaning mix. *Malaysian Journal of Nutrition* , 16(3), 379-387.

Velier, L. (2022). Les hétérocycles dans la chimie des arômes. *Actualité Chimique*, (4), 4-14.

Wani, A. A., Sogi, D. S., Wani, I. A., & Gill, B. S. (2012). Physico-chemical and functional properties of flours from Indian kidney bean (Phaseolus vulgaris L.) cultivars. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 243—249

Workneh T. S, Zinash A, & Woldetsadik K. (2012). Blanching, salting and sun-drying of different pumpkin slices. Journal of Food Science and Technology. Association of Food Scientists and Technologists. DOI 10.1007/sI3197-012-0835-4.

Xie J.1, Wang C, Zhang B, Yang A, Yin Q., Huang H, & Chen M. (2013). Cucurmosin induces the apoptosis of human pancreatic cancer CFPAC-1 cells by inactivating the PDGFR-β signalling pathway. *Pharmacological Reports* , 65, 682- 688.

Yadav, D. N., Singh, A. K., & Rajan, A. (2016). Effect of incorporation of plantain and chickpea flours on quality characteristics of biscuits. *Journal of Food Science and Technology*, 53(4), 2294–2301.

Yang, X.; Zhao, Y.; Lv, Y. (2007). Chemical composition and antioxidant activity of an acidic polysaccharide extracted from Cucurbita moschata Duchesne ex Poiret. J. Agric. Food Chem, 55, 4684–4690.

Yasumatsu, K., Sawada, K., Maritaka, S., & Toda, J. (1972). Whipping and emulsifying properties of soybean products. *Agricultural and Biological Chemistry*, 36(5), 719–727.

Younis YMH, Ghirmy S and Al-Shihry SS. (2000). African Cucurbita pepo L: Properties of seed and variability in fatty acid composition of seed oil. *Phytochemistry*, 54, 71-7.

Zahra Davoudi, F., Mahdavi, S. A., & Sadeghi Mahoonak, A. R. (2020). Incorporation of pumpkin powder in bread: Rheological, physicochemical and sensory properties. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 14(5), 2512–2520.

Zhang B, Huang H, Xie J, Xu, C., Chen M, Wang C, Yang A, & Yin Q. (2012). Cucurmosin induces apoptosis of BxPC-3 human pancreatic cancer cells via inactivation of the EGFR signaling pathway. *ONCOLOGY REPORTS*, 27, 891-897.

Zhou T, Kong Q, Huang J, Dai R, & Li Q. (2007). "Characterization of nutritional components and utilization of pumpkin".*Food*, 1,313-321.

Annexes

Annexe

Annexe 1: Préparation de la poudre de citrouille par un séchage

Annexe 2: Préparation de pain à base de la poudre de citrouille

Les trois modelles du pain ont été préparés selon une recette décrite par **Kohajdová et Karovičová (2007).**

La recette de pain A témoin : un mélange initial a été préparé en dissolvant 12 g de levure boulangère, 4 g de sucre et 7 g d'huile végétale dans 100 mL d'eau tiède. Ce mélange a été laissé au repos pendant 10 minutes pour permettre l'activation de la levure. Ensuite, 300 g de farine de blé (Safina), ont été ajoutés progressivement avec 6 g de sel et 0,5 g de gomme de xanthane accompagnés des 100 mL restants d'eau tiède. Le pétrissage a été réalisé manuellement pendant 10 minutes jusqu'à obtention d'une pâte homogène. La pâte a été laissée à lever pendant 20 minutes, dégazée, façonnée, puis soumise à une seconde levée de 45 minutes. La cuisson a été effectuée à 230°C pendant environ 15 minutes. Les petits pains ont été refroidis à température ambiante et après 2 heures, emballés dans des sacs en plastique.

Le pain B (1,5%) et C (2,5%) ont été préparés selon la même méthode, à l'exception de l'ajout de poudre de citrouille (Cucurbita pepo L.). Le pain B contenait 4,5 g de poudre de

citrouille, tandis que le pain C en contenait 7,5 g, incorporés directement au moment de l'ajout des ingrédients secs, avant pétrissage. La cuisson a été effectuée à 230°C pendant environ 12 et 10 minutes successivement.

Mélange pain A

Mélange pain B

Mélange pain C

Annexe 3 : Détermination de l'acidité titrable (llkayet Aziz, 2011)

Mode opératoire

1. 3 g de poudre de citrouille ont été pesés et mélangés à 50 mL d'eau distillée dans un **bécher**.

2. Le mélange a été chauffé au bain-marie pendant 30 minutes pour extraire les acides solubles.

3. Le contenu a ensuite été transféré dans une fiole jaugée de 250 mL, puis complété avec de l'eau distillée chauffée à 40 °C jusqu'au trait de jauge.

4. La solution a été filtrée pour éliminer les particules solides.

5. Un volume de 10 mL du filtrat a été prélevé et dilué à 100 mL dans une éprouvette graduée avec de l'eau distillée.

6. Après un repos d'une heure, deux gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées, puis le mélange a été titré avec une solution de NaOH 0,05 N jusqu'à apparition d'une coloration rose pâle persistante (point d'équivalence).

7. Le volume de NaOH consommé a été noté. Deux essais ont été effectués pour chaque échantillon pour garantir la fiabilité des résultats.

Annexe 4 : Détermination de la teneur en eau (AOAC, 2000)

Appareillage :

- Balance analytique
- Étuve de séchage réglée à 130 °C :
- Capsules en aluminium
- Dessiccateur contenant un agent déshydratant
- Pinces métalliques
- Chronomètre

1. **Préparation du matériel :**

Des capsules en aluminium propres et sèches, munies de couvercles, ont été placées ouvertes dans une étuve à 130 °C pendant 15 minutes afin d'éliminer toute trace d'humidité. Elles ont ensuite été refroidies dans un dessiccateur pendant 30 à 45 minutes, jusqu'à stabilisation à température ambiante.

2. **Pesée initiale (m_0) :**

Chaque capsule, avec son couvercle, a été pesée à l'aide d'une balance analytique afin d'obtenir la masse initiale à vide (m_0).

3. **Ajout de l'échantillon et pesée (m_1)** :

Environ 5g de poudre de citrouille ont été introduits dans chaque capsule. Les capsules, contenant la poudre et leurs couvercles, ont été pesées de nouveau pour obtenir la masse totale avant séchage (m_1).

4. **Séchage de l'échantillon :**

Les capsules ouvertes contenant les échantillons ont été placées dans une étuve réglée à

130 °C pendant 2 heures. Les couvercles ont été placés à côté, sans recouvrir les capsules, afin de permettre une évaporation complète de l'eau.

5. **Refroidissement et pesée finale (m_2) :**

À la fin du séchage, les capsules ont été immédiatement transférées dans un dessiccateur et laissées à refroidir pendant 30 à 45 minutes. Une fois à température ambiante, elles ont été pesées une dernière fois afin de déterminer la masse après séchage (m_2).

Annexe 5 : Dosage du taux de cendres par incinération (IANOR, 2016)

1. **Préparation du matériel :**

Des creusets en porcelaine propres et secs ont été utilisés. Afin de garantir l'absence d'humidité ou de résidus organiques, les creusets vides ont été préchauffés dans un four à moufle à 550 °C pendant 1 heure, puis refroidis dans un dessiccateur pendant 30 à 45 minutes avant d'être pesés.

2. **Pesée initiale de l'échantillon :**

Une masse précise d'environ 5g de poudre de citrouille a été introduite dans chaque creuset, puis l'ensemble a été pesé à l'aide d'une balance analytique afin de déterminer la masse totale avant incinération.

3. **Incinération :**

Les creusets contenant les échantillons ont été placés dans un four à moufle préchauffé à 550 °C, où ils ont été maintenus pendant 6 heures, jusqu'à combustion complète de la matière organique. Les résidus obtenus, constitués exclusivement de cendres minérales, ont été laissés à refroidir dans le four éteint, puis transférés dans un dessiccateur.

4. **Refroidissement :**

À la fin de l'incinération, les creusets ont été laissés à refroidir progressivement à l'intérieur du four éteint, puis transférés dans un dessiccateur pendant environ 30 minutes pour éviter l'absorption d'humidité.

5. Pesée finale :

Après refroidissement, les creusets contenant les cendres ont été pesés de nouveau afin de déterminer la masse des résidus minéraux.

Annexe 6: Dosage des protéines totales (AOAC, 2000 Kjeldahl)

Mode opératoire :

1. Digestion

Une masse précise de 1g de poudre de citrouille a été pesée à l'aide d'une balance analytique. À cet échantillon, 2 g de catalyseur Kjeldahl (mélange de sulfate de potassium (K_2SO_4) et de sulfate de cuivre ($CuSO_4$)) ont été ajoutés. Ensuite, 20 mL d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4) ont été introduits dans le tube à digestion contenant l'échantillon et le catalyseur.

La digestion a été effectuée à 350 °C pendant environ 2 heures à l'aide d'un appareil à digestion Kjeldahl, permettant l'oxydation de la matière organique et la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium.

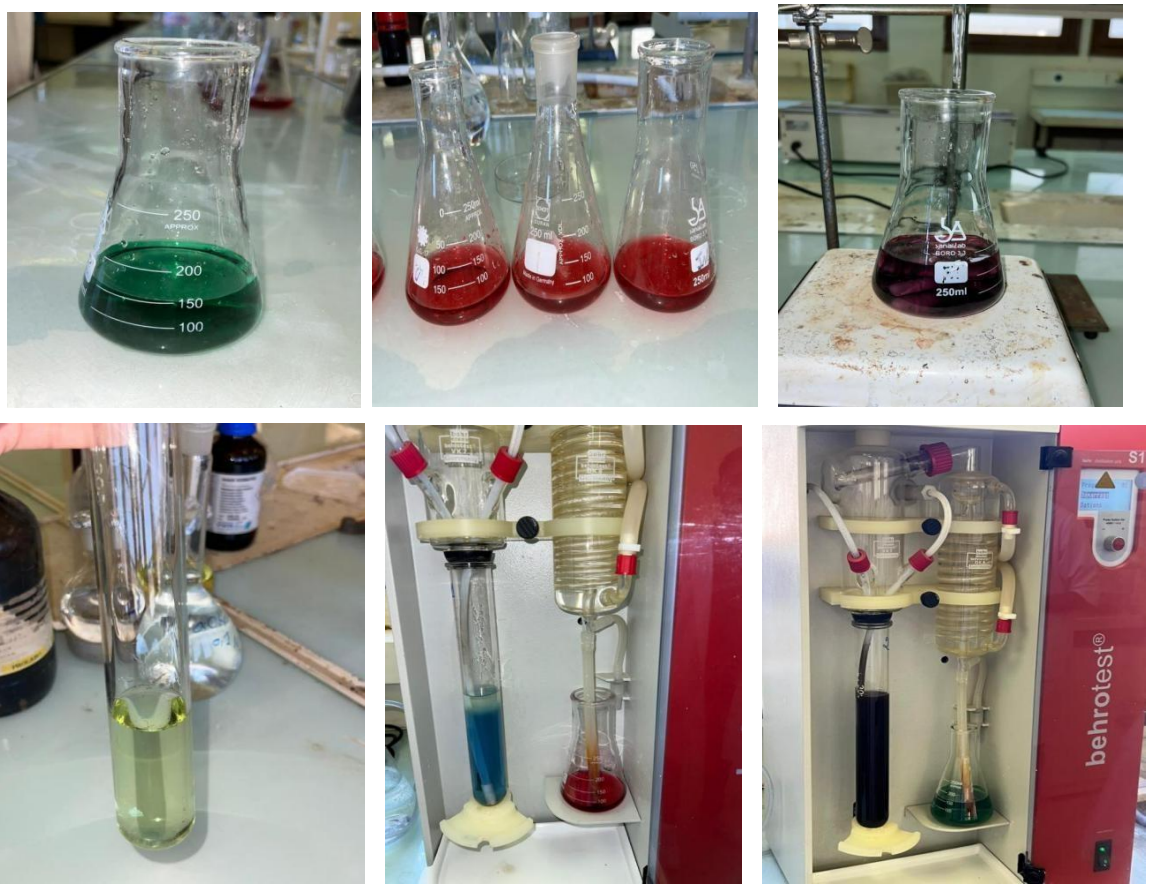
La digestion a été considérée comme terminée à l'apparition d'un liquide clair, signe de la décomposition complète de la matière organique.

2. Distillation

Après refroidissement du tube, une solution concentrée de soude (NaOH) a été ajoutée en excès pour rendre le milieu basique et libérer l'ammoniac (\text{NH}_3) à partir du sulfate d'ammonium formé. Une distillation à la vapeur d'eau a ensuite été réalisée. L'ammoniac dégagé a été entraîné par la vapeur et capté dans une solution de borate : acide borique (H_3BO_3) à 2 % contenant quelques gouttes de phénolphtaléine comme indicateur. L'ammoniac a réagi avec l'acide borique pour former un borate d'ammonium.

3. Titrage

L'ammoniac capté a été titré directement à l'aide d'une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4 0,1 N). Le titrage a été effectué jusqu'au virage de l'indicateur (passage du rose à l'incolore).



Annexe 7: Dosage de matière grasse par extraction solide-liquide Soxlhet (IANOR, 2001)

Matériel et réactifs

- Balance analytique
- Appareil Soxhlet avec ballon et réfrigérant
- Solvant : hexane ou éther de pétrole
- Éprouvette graduée (pour mesurer le volume du solvant)
- Cartouche d'extraction (cellulose)
- Évaporateur rotatif (rota-vape) avec cryostat et pompe à vide
- Dessiccateur

Mode opératoire

1. **Pesée de l'échantillon**

Une masse précise de poudre de citrouille (environ 10 g) est pesée à l'aide d'une balance analytique, puis introduite dans une cartouche d'extraction adaptée.

2. **Préparation du ballon**

Le ballon vide est séché, refroidi dans un dessiccateur, puis pesé avec précision. Il est ensuite rempli avec un volume de 400 mL de solvant organique (hexane ou éther de pétrole), correspondant au rapport de 10 mL de solvant par gramme d'échantillon.

3. **Montage du dispositif**

Le ballon contenant le solvant est fixé à l'appareil de Soxhlet. La cartouche contenant l'échantillon est placée dans le corps de l'extracteur, relié à un réfrigérant à reflux. Le chauffage est activé et l'eau de refroidissement est mise en circulation.

4. **Extraction des lipides**

Le système est maintenu en fonctionnement pendant environ 3 heures. Le solvant chauffé s'évapore, se condense dans le réfrigérant, puis s'écoule à travers la cartouche d'échantillon, dissolvant progressivement les lipides qui s'accumulent dans le ballon.

5. **Refroidissement du système**

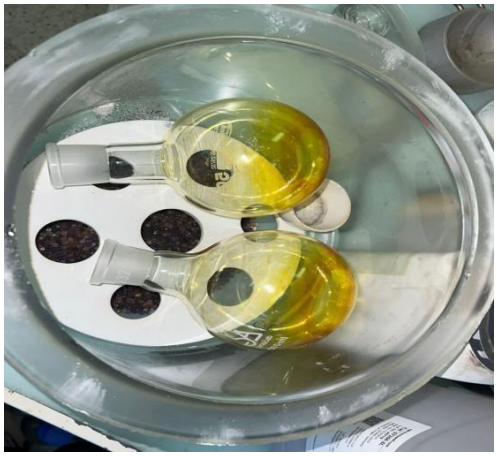
Après la durée d'extraction, le chauffage est arrêté et l'appareil est laissé au repos jusqu'au refroidissement complet et disparition des condensats visibles.

6. **Évaporation du solvant**

Le solvant contenant les lipides est évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif équipé d'un cryostat et d'une pompe à vide. Cette étape permet de récupérer les matières grasses sous forme pure.

7. **Pesée finale**

Après évaporation complète du solvant, le ballon contenant les lipides extraits est séché, refroidi dans un dessiccateur, puis pesé à nouveau. La différence de masse entre le ballon plein et le ballon vide permet de calculer la quantité de lipides.



Annexe 8 : Fiche de dégustation sensorielle – Pain A / B / C

Critères sonsoriels	Description	Pain A (0% PC)	Pain B (1,5% PC)	Pain C (2,5% PC)
Aspect visuel	Couleur, forme, apparence générale	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5
Odeur (arôme)	Intensité et qualité de l'odeur	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5
Texture en bouche	Moelleux,croquant, élasticité, ect	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5
Goût (saveur)	Saveur perçu, équilibre, arrière-goût	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5
Appréciation globale	Impression générale	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5	1 2 3 4 5

Échelle de notation : 1 = Très mauvais · 2 = Mauvais · 3 = Moyen · 4 = Bon · 5 = Très bon

Commentaires du dégustateur :

• Pain A : _____

• Pain B : _____

• Pain C : _____

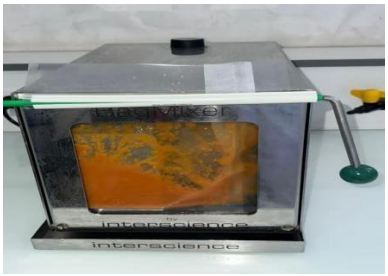
Annexe 9: dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux (GAMT) dans la poudre de citrouille

Principe :

La méthode consiste à ensemencer des dilutions décimales de l'échantillon dans le milieu gélosé PCA, Plate Count Agar puis à dénombrer les colonies se développant après incubation en conditions aérobies à 30°C pendant 72 heures.

Préparation de la suspension mère

- Peser 5 g de poudre dans un flacon stérile.
- Ajouter 50 mL de TSE stérile (Tryptone Salt Extract).
- Homogénéiser 2 minutes au Stomacher ou vortex.
- Cette suspension est la Solution mére dilution (SM)



Dilutions décimales

Réaliser des dilutions successives jusqu'à 10^{-3} : 1 mL de suspension + 9 mL de TSE stérile, vortex entre chaque. Par exemple : Pour une dilution au 10^{-1}, ajoutez 1g (ou 1mL) d'échantillon à 9mL de diluant. Pour une dilution au 10^{-2}, prenez 1mL de la dilution au 10^{-1} et ajoutez-le à 9mL de diluant, et ainsi de suite.

Ensemencement

Déposer 1mL de chaque dilution au centre d'une boîte de Petri stérile

Effectuer l'ensemencement en double pour chaque dilution

Couler 12-15mL de gélose PCA fondue et refroidie à 45°C ± 1°C

Mélanger immédiatement par mouvements circulaires et de va-et-vient

Laisser solidifier sur paillasse horizontale

Contrôle

"Témoin PCA" (Témoin Gélose de Dénombrement) : Cette plaque doit contenir uniquement du milieu PCA stérile (pas d'inoculum d'échantillon). Son but est de vérifier la stérilité du milieu et des boîtes de Pétri. Après incubation, cette plaque ne doit présenter aucune croissance microbienne. Si une croissance est observée, cela indique une contamination de votre milieu, de vos plaques ou de votre technique, ce qui invalide vos résultats.

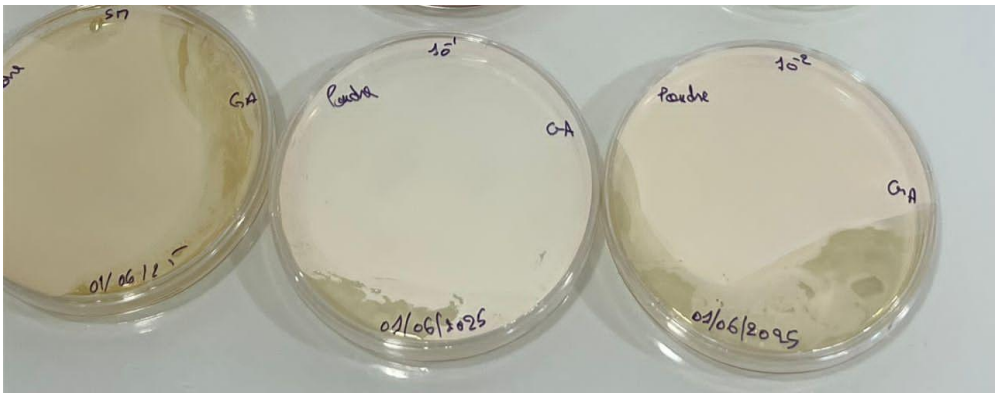
Incubation

Incuber les boîtes en position inversée à 30 °C ± 1 °C pendant 72 h,

Lecture et dénombrement:

Après la période d'incubation de 72 heures à 30 °C ± 1 °C, les boîtes de Pétri sont retirées de l'étuve et laissées à température ambiante pendant 15 à 20 minutes avant lecture.

Les boîtes présentant entre 30 et 300 colonies sont sélectionnées pour le dénombrement. Le comptage s'effectue à l'œil nu ou à l'aide d'un compteur de colonies manuel ou automatique. Toutes les colonies visibles (grandes, petites, opaques ou translucides) sont prises en compte, quelles que soient leur morphologie ou leurs couleurs.



Annexe 10: Dénombrement d'Escherichia coli dans la poudre de citrouille

Principe

La méthode consiste à ensemencer des dilutions décimales de l'échantillon sur gélose VRBL (Violet Red Bile Lactose Agar), puis à dénombrer les colonies caractéristiques d'E. coli après incubation à 44°C. Les colonies suspectes sont confirmées par des tests biochimiques complémentaires.

Ensemencement sur VRBL

- Prélever 1 mL de chacune des deux dilutions (SM et 10^{-1}).
- Déposer dans des boîtes de Pétri stériles.
- Ajouter 15 à 20 mL de milieu VRBL fondu, refroidi à 45 ± 1 °C.
- Mélanger délicatement pour homogénéiser avant gélification.
- Une couche de recouvrement de 3-4 mL de VRBL fondu et refroidi (à 45 - 50°C) peut être ajoutée après solidification pour favoriser l'anaérobiose facultative et empêcher la prolifération de micro-organismes superficiels.

Incubation

Incuber les boîtes de Pétri retournées à 41°C + 0,5°C pendant 24heures.

Cette température est sélective pour les coliformes thermo tolérants, incluant E. coli.

Lecture et dénombrement

- Après incubation, observer les boîtes.
- Rechercher des colonies typiques d'Escherichia coli présomptifs : colonies rouges foncées à centre sombre, parfois avec précipité biliaire.

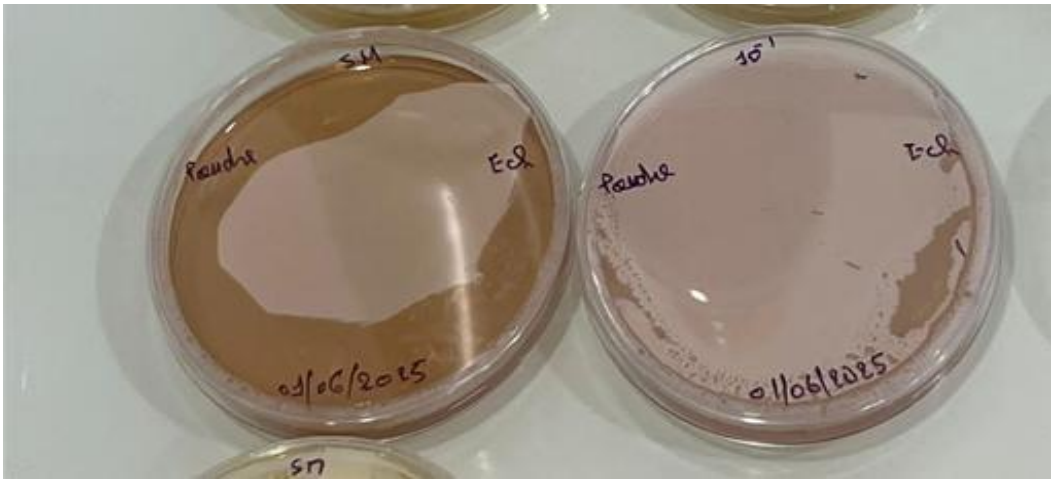
- Compter les colonies sur les boîtes ayant 15 à 150 colonies.
- Le résultat est exprimé en UFC/g,

Interprétation des résultats

Selon l'arrêté du 2 juillet 2017, pour un produit sec comme la poudre de citrouille :

$\leq 10^2$ UFC/g → produit conforme

$> 10^2$ UFC/g → produit non conforme, indiquant une possible contamination fécale ou un défaut d'hygiène.



Annexe 11: Staphylocoques à coagulase positive (Staphylococcus aureus) dans la poudre de citrouille

Objectif

Mettre en évidence et quantifier la population de staphylocoques à coagulase positive dans la poudre de citrouille, à partir de la solution mère (SM) et d'une dilution 10^{-1}, sur un milieu sélectif Baird-Parker, selon les conditions recommandées par la norme ISO 6888-1.

Dilution 10^{-1}

Prélever 1 mL de la SM + 9 mL de TSE stérile dans un tube → homogénéiser → obtention de la dilution 10^{-1}.

Ensemencement:

- Prélever 0,5 mL ou 1 mL de chaque dilution (SM et 10^{-1}) à ensemencer en surface dans des boîtes de Pétri contenant du milieu Baird-Parker additionné de jaune d'œuf et de tellurite.
- Étaler avec une spatule en L stérile.

Ce milieu est sélectif pour Staphylococcus aureus, grâce à la tellurite de potassium, et différentiel grâce au jaune d'œuf (activité lécithinase).

- **Incubation**

Incuber les boîtes à 37 °C ± 1 °C pendant 24 à 48 h, en aérobiose.

- **Lecture des résultats**

Observer les colonies typiques : noires, brillantes, avec halo clair (précipité de lécithine).

Sélectionner les boîtes ayant entre 15 et 150 colonies pour chaque dilution.

Compter les colonies typiques sur chaque boîte.

Annexe 12: Analyse des ASR (Anaérobies Sulfito-Réducteurs)

Objectif

Mettre en évidence et quantifier les bactéries anaérobies sulfito-réductrices (ASR), indicatrices d'une contamination potentielle par des Clostridium, dans la poudre de citrouille, à partir des dilutions préparées pour l'analyse des germes aérobies, sur un milieu viande de foie avec additifs sélectifs.

Dilution 10^{-1} :

Prélever 1 mL de la SM et le diluer dans 9 mL de TSE stérile → homogénéiser.

Ensemencement :

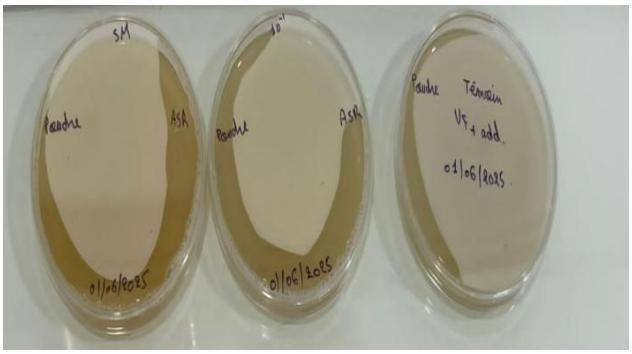
- Prélever 1 mL de chaque dilution (SM et 10^{-2}).
- Le verser dans des boîtes de Pétri stériles.
- Ajouter 15–20 mL de milieu viande de foie + additif, tempéré à 45 °C
- Mélanger le contenu de la boîte par rotation douce.

Incubation :

Incuber les boîtes à 37 °C pendant 24 à 48 heures.

Lecture des résultats

- Lire après 24–48 h : colonies noires ou gris foncé (précipitation de sulfure de fer).
- Compter uniquement les colonies typées, bien développées.
- Sélectionner les boîtes contenant entre 15 et 150 colonies pour calcul:



Annexe 13 : Analyse de Salmonella spp

Matériel utilisé

- Eau peptonée tamponnée (EPT)
- Milieu de Rappaport-Vassiliadis (RVS)
- Milieux sélectifs (si confirmation nécessaire) : XLD ou Hektoen
- Étuve réglée à 41,2 °C

Pré-enrichissement

- Peser 5 g de poudre de citrouille dans un tube stérile.
- Ajouter 50 mL d'eau peptonée tamponnée (EPT).
- Homogénéiser et incuber à 37 °C pendant 24 heures.

Enrichissement sélectif

- Prélever environ 0,1 mL (2 gouttes) de la solution pré-enrichie.
- Ensemencer dans un tube contenant le bouillon Rappaport-Vassiliadis (RVS).
- Incuber à 41,2 °C pendant 24 heures.

Isolement (facultatif selon protocole suivi)

- En cas de confirmation, strier une goutte de RVS sur un milieu sélectif (XLD ou Hektoen).
- Incuber à 37 °C pendant 24 heures pour observation de colonies typiques

Annexe 14 : Germes aérobies mésophiles dans le pain

Principe

Les bactéries aérobies mésophiles se développent sur gélose PCA (Plate Count Agar) à 30 °C. Après incubation, les colonies visibles sont dénombrées pour estimer la charge microbienne.

Préparation de la solution mère

- Peser 5 g de pain dans un flacon stérile.
- Ajouter 50 mL de solution TSE stérile.
- Homogénéiser 2 min (vortex ou stomacher).
- Cette suspension correspond à la solution mère (SM).

Dilution

Facultatif : dilution 10^{-1}= 1 mL de la SM dans 9 mL de TSE, Jusqu'à 10^{-3}

Ensemencement

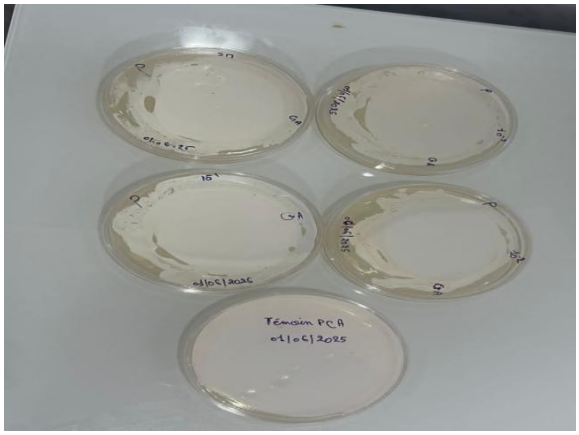
- Verser 1 mL de chaque dilution (SM et 10^{-1} et 10^{-2} 10^{-3}) dans des boîtes de Pétri stériles.
- Ajouter 15–20 mL de gélose PCA fondue et tempérée à 45 °C.
- Mélanger délicatement, laisser solidifier

Incubation

À 30 °C pendant 72 heures, en aérobiose.

Lecture et calcul :

- Compter les colonies visibles.
- Exprimer les résultats en UFC/g.



Annexe 15 : Dénombrement Escherichia coli (E. coli) dans le pain

Principe

E. coli fermente le lactose avec production d'acide et de gaz sur milieu VRBL (Violet Red Bile Lactose Agar), formant des colonies pourpres entourées d'un halo.

Préparation des dilutions décimales

- 10^{-1}: Prélever 1 mL de la solution SM → dans 9 mL de TSE.
- 10^{-2}: Prélever 1 mL de 10^-1 → dans 9 mL de TSE.

Préparation du témoin (VRBL blanc)

Boîte de Pétri contenant VRBL stérile sans ajout d'échantillon (contrôle de stérilité du milieu).

Ensemencement sur VRBL

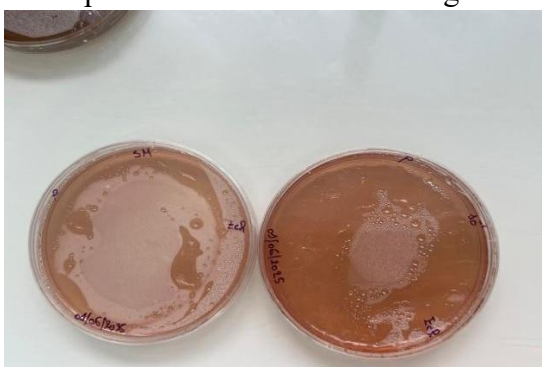
- Dans trois boîtes de Pétri stériles,
- verser 1 mL de chaque dilution (SM, 10^{-1}, 10^{-2}).
- Ajouter 15–20 mL de VRBL fondu et tempéré à 44–46 °C.
- Mélanger doucement en effectuant des mouvements circulaires.
- Laisser solidifier à température ambiante.

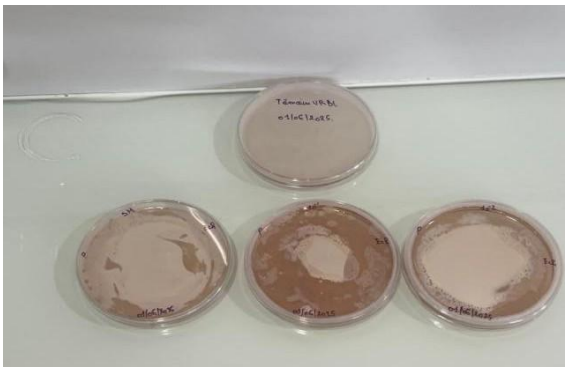
Incubation

Incuber toutes les boîtes (y compris le témoin) à 44 °C pendant 24 heures, en aérobiose.

Lecture et dénombrement

- Rechercher des colonies typiques : pourpres foncées, avec ou sans halo.
- Le témoin doit rester stérile (aucune croissance).
- Exprimer les résultats en UFC/g selon les dilutions.





Annexe 16 : Staphylocoques à coagulase positive (Staphylococcus aureus) dans le pain

Principe

Les staphylocoques à coagulase positive forment des colonies noires brillantes avec halo clair sur milieu Baird-Parker, enrichi avec jaune d'œuf et tellurite.

Ensemencement

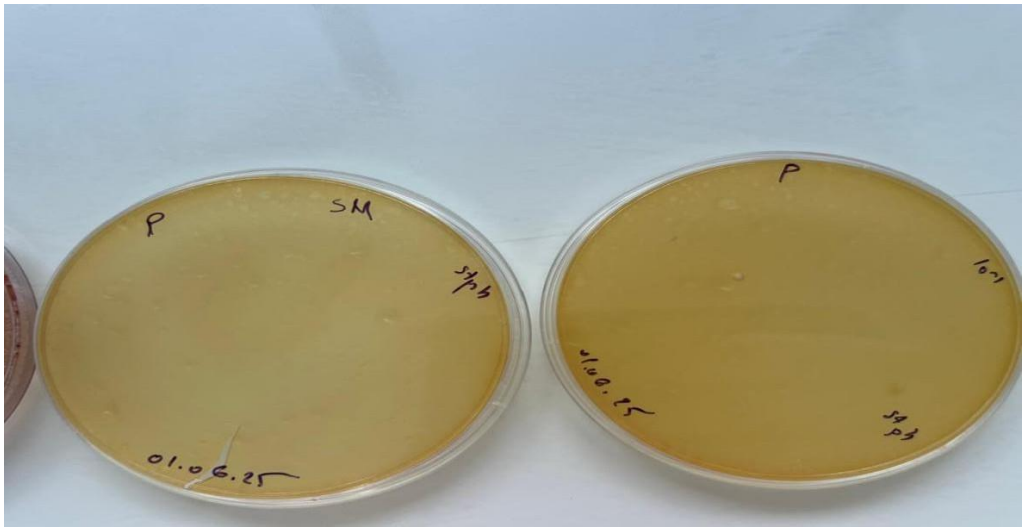
Ensemencer 0,1 mL par étalement sur gélose Baird-Parker enrichie.

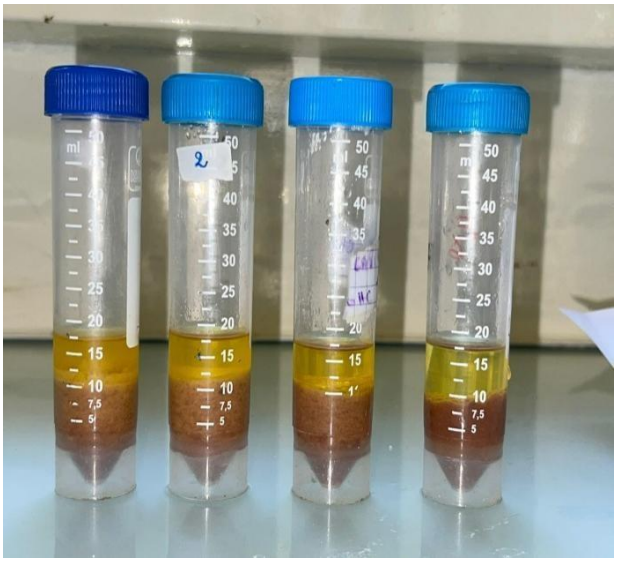
Incubation

À 37 °C pendant 24 à 48 heures, en aérobiose.

Lecture

- Colonies noires avec halo clair → suspectes.
- Identification confirmée par test à la coagulase si nécessaire.
- Résultats en UFC/g.



Annexe 17 : Détermination de la capacité d'émulsification de la poudre de citrouille

Annexe 18 : Stabilité d'émulsification de la poudre de citrouille