



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



# **MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER**

**Présenté par :**

**Mlle. FERHAT Lemya**

**Mlle. MERAR Yamina**

**Caractérisation de la poudre de citrouille obtenue par  
séchage convectif**

**Devant le Jury composé de :**

Dr. Khelouia Lamia

MCB, ISTA, université Blida 1

Présidente

Dr. Terki Lydia

MCB, ISTA, université Blida 1

Examinatrice

Dr. Boukhari Nabil

MCB, ISTA, université Blida 1

Promoteur

**Année universitaire 2023/2024**

## Remerciement

En premier lieu nous remercions notre créateur Allah, le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

On commence par exprimer notre profonde reconnaissance et nos remerciements à notre encadreur Dr Nabil Boukhari qui nous a honorées en acceptant de diriger ce travail, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce travail. Ses encouragements, et ses précieux conseils. Nous remercions Dr Khelouia, pour l'honneur qu'elle nous fait en acceptant de présider notre jury de soutenance. Nous remercions Dr Terki pour nous avoir honorés et acceptés d'examiner notre travail.

Nous remercions très sincèrement Mme Messaad Yasmine pour son soutien, ses bons conseils et ses qualités humaines vraiment merci.

Enfin, Merci à tous ceux et celles qui nous ont soutenu d'une manière ou d'une autre, de près ou de loin.

## Résumé

Dans cette étude, nous avons examiné les caractéristiques physico-chimiques et la qualité microbiologique de la poudre de citrouille, ainsi que l'optimisation de ses propriétés fonctionnelles en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Les analyses physico-chimiques effectuées sur la poudre de citrouille ont révélé que ses paramètres sont conformes aux valeurs rapportées dans la littérature documentaire pour des produits similaires. Cependant, une légère divergence a été observée, attribuable aux différences de variété de citrouille, aux conditions de culture, ainsi qu'aux méthodes de séchage appliquées. Les analyses microbiologiques ont révélé une excellente qualité hygiénique, avec une absence totale de germes pathogènes. L'optimisation des propriétés fonctionnelles a montré que la poudre de citrouille peut être utilisée comme ingrédient dans l'industrie agroalimentaire pour améliorer la fraîcheur, la conservation et les caractéristiques organoleptiques des aliments.

Les résultats obtenus pour les propriétés fonctionnelles sont de 8,66g/gramme de poudre pour la capacité de rétention d'eau et de 4,31ml/gramme de poudre pour la capacité de rétention d'huile. Selon le profil de désirabilité, nous pouvons augmenter ces valeurs à 8,70g/gramme de poudre pour la capacité de rétention d'eau et à 4,51ml/gramme de poudre pour la capacité de rétention d'huile.

**Mots clés :** Séchage à l'air chaud, Citrouille, Optimisation, Propriétés fonctionnelles, surface de réponse.

## **Abstract**

In this study, we examined the physicochemical characteristics and microbiological quality of pumpkin powder, as well as the optimization of its functional properties using the response surface methodology. Physico-chemical analyses conducted on pumpkin powder revealed that its parameters are in line with the values reported in the literature for similar products. However, a slight divergence was observed, attributed to differences in pumpkin variety, cultivation conditions, and drying methods applied. Microbiological analyses revealed excellent hygienic quality, with a total absence of pathogenic germs.

The optimization of functional properties showed that pumpkin powder can be used as an ingredient in the food industry to improve the freshness, preservation, and organoleptic characteristics of food products. The obtained results for functional properties are 8.66g/gram of powder for water holding capacity and 4.31ml/gram of powder for oil holding capacity. According to the desirability profile, we can increase these values to 8.70g/gram of powder for water holding capacity and 4.51ml/gram of powder for oil holding capacity.

**Keywords:** Hot air drying, Pumpkin, Optimization, Functional properties, response surface.

## ملخص

في هذه الدراسة، قمنا بفحص الخصائص الفيزيائية الكيميائية والجودة الميكروبيولوجية لمسحوق اليقطين، وكذلك تحسين خصائصه الوظيفية باستخدام MSR. أظهرت التحليلات الفيزيوكيميائية التي أجريت على مسحوق اليقطين أن معاييرها تتوافق مع القيم المذكورة في الأدب لمنتجات مماثلة. ومع ذلك، لوحظ وجود اختلاف طفيف، يعزى إلى اختلافات تنوع اليقطين وظروف الزراعة، وكذلك طرق التجفيف المطبقة. كشفت التحليلات الميكروبيولوجية عن جودة صحية ممتازة، مع غياب تام للجراثيم الممرضة. أظهر تحسين الخصائص الوظيفية أن مسحوق اليقطين يمكن استخدامه كمكون في صناعة الأغذية لتحسين الطزاجة والحفظ والخصائص الحسية للأطعمة.

النتائج المحصل عليها للخصائص الوظيفية هي 8.66 غ/غرام من البودرة لقدرة الاحتفاظ بالماء، و 4.31 مل/غرام من البودرة لقدرة الاحتفاظ بالزيت. ووفقاً للملف الشخصي للرجبة، يمكننا زيادة هذه القيم إلى 8.70 غ/غرام من البودرة لقدرة الاحتفاظ بالماء، و 4.51 مل/غرام من البودرة لقدرة الاحتفاظ بالزيت.

**الكلمات المفتاحية :** التجفيف بالهواء الساخن , اليقطين، تمثيل ، الخصائص الوظيفية , سطح الاستجابة.

# Sommaire

## Partie I. Etude bibliographique

### Chapitre 1. Citrouille

I. Généralité sur la citrouille.....	3
I.1. Définition de la citrouille .....	3
I.2. Origine et domestication de citrouille.....	3
I.3. Description de la citrouille.....	3
I.4. Classification de la citrouille .....	3
I.5. Composition chimique et molécules bioactives.....	4
I.6. Production de la citrouille .....	6
I.6.1. Dans le monde.....	6
I.6.2. En Algérie .....	6
I.7. Utilisation de la citrouille.....	6
I.7.1. Utilisation culinaire.....	6
I.7.2. Utilisation industrielle.....	7

### Chapitre 02 : Séchage

I. Généralités sur le séchage.....	9
I.1. Définition .....	9
I.2. Objectif de séchage .....	9
I.3. Principe de séchage.....	9
I.4. Méthodes de séchage .....	10
I.4.1. Séchage solaire.....	10
I.4.2. Séchage au soleil.....	11
I.4.3. Séchage par conduction .....	12
I.4.5. Séchage par infrarouge (IR).....	12
I.4.6. Séchage par pulvérisation .....	12
I.4.7. Séchage sous vide .....	13
I.4.8. Séchage par lyophilisation .....	13
I.4.9. Séchage convectif .....	14
I.4.9.1. Les facteurs agissent sur le séchage convectif.....	14
I.4.9.2. Transfert de matière et de chaleur.....	14

I.4.9.3. Impact du séchage convectif sur la qualité de la citrouille .....	14
I.4.9.4. Importance de séchage convectif .....	15

## **Partie II. Matériel et méthodes**

I. Matériel végétal.....	16
II. Analyses physico-chimiques.....	16
II.1. Détermination de l'acidité titrable .....	16
II.2. Détermination de la teneur en humidité (JORA n° 08 – 2013) .....	17
II.3. Dosage du taux de cendres par incinération .....	17
II.4. Dosage des protéines totale .....	18
II.5. Dosage de matière grasse par extraction solide-liquide Soxhlet .....	19
III. Analyses microbiologiques .....	19
IV. Optimisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille .....	20
IV.1. Détermination de la capacité de rétention d'eau .....	22
IV.2. Détermination de la capacité de rétention d'huile.....	23

## **Partie III. Résultat et discussion**

I. Résultats des analyses physico chimiques .....	26
II. Détermination des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille.....	28
II.1. Optimisation des paramètres influençant la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille. ....	28
II.2. Optimisation des paramètres influençant la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille .....	39

Conclusion

Référence bibliographique

Annexes

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1:</b> classification de la citrouill .....	4
<b>Tableau 2:</b> Composition nutritionnelle de la citrouille .....	5
<b>Tableau 3:</b> Analyses microbiologiques applicables aux Poudre de citrouille selon l'arrêté 02/07/2017 .....	20
<b>Tableau 4:</b> Niveaux des variables pour la capacité de rétention d'eau .....	22
<b>Tableau 5:</b> Protocol expérimentale pour l'optimisation de la capacité de rétention d'eau.....	23
<b>Tableau 6:</b> Niveaux des variables pour la capacité de rétention d'huile.....	24
<b>Tableau 7:</b> Protocol expérimentale pour l'optimisation de la capacité de rétention d'huile .....	25
<b>Tableau 8:</b> Résultats des analyses physico chimiques .....	26
<b>Tableau 9:</b> Résultats des analyses microbiologiques. ....	28
<b>Tableau 10:</b> Résultats du modèle en fonction des différentes combinaisons .....	29
<b>Tableau 11:</b> Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille. ....	30
<b>Tableau 12:</b> Estimation des effets de surface de réponse de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.....	32
<b>Tableau 13:</b> Capacité de rétention d'huile en fonction des différentes combinaisons .....	39
<b>Tableau 14:</b> Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.....	40
<b>Tableau 15:</b> Estimation des effets de surface de réponse de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.....	43

## Liste des figures

<b>Figure1</b> :Grands producteurs de la citrouille .....	6
<b>Figure2</b> :Utilisation culinaire de la citrouille .....	7
<b>Figure 3</b> : Diagramme de Pareto des effets pour la capacité de rétention d'eau .....	31
<b>Figure 4</b> :Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.....	32
<b>Figure5</b> :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide .....	34
<b>Figure6</b> : Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide .....	34
<b>Figure7</b> : Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos .....	35
<b>Figure8</b> : Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos.....	35
Figure9 :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de ratio solide- liquide et le temps de repos .....	36
<b>Figure10</b> :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de repos .....	36
<b>Figure 11</b> :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'eau en fonction de ratio solide-liquide (-1.2), temps de repos (1.2) et le temps de centrifugation (0.6).....	37
<b>Figure12</b> :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'eau en fonction de ratio solide-liquide (-1.3), temps de repos (1.3) et le temps de centrifugation (0.6).....	38
<b>Figure 13</b> :.Diagramme de Pareto des effets pour la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.....	41
<b>Figure 14</b> :Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.....	42
<b>Figure 15</b> :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de repos et le ratio solide-liquide .....	44
<b>Figure 16</b> : Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de repos.....	44
<b>Figure17</b> :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide .....	45

<b>Figure18</b> :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de centrifugation.....	45
<b>Figure19</b> :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos.....	46
<b>Figure20</b> :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de repos et le temps de centrifugation .....	46
<b>Figure 21</b> :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'huile en fonction de ratio solide-liquide (0.6), temps de repos (1.4) et le temps de centrifugation (1.4) .....	47
<b>Figure22</b> :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'huile en fonction de ratio solide-liquide (0.6), temps de repos (1.5) et le temps de centrifugation (1.5) .....	48

## Liste d'abréviations

Abs: Absence

AJR : Apports journaliers recommandés

ANOVA : Analyse de la Variance

BBD : Box-Benhken Design

CRE : Capacité de rétention d'eau

CRH : Capacité de rétention d'huile

C. pepo : *Cucurbita pepo*

R<sup>2</sup> : 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 gramme

## Introduction

Le développement des produits "santé" est une alternative très intéressante, à une époque où la relation alimentation-santé est reconnue et où nous souffrons de plus en plus de pathologies liées à l'alimentation (**Tabart et al., 2011**). Parmi ces produits, les cucurbitacées, famille regroupant environ 130 genres et 800 espèces, représentent un intérêt particulier. Cultivées dans le monde entier, notamment dans les régions chaudes, elles constituent une source de nourriture précieuse et présentent une valeur économique élevée (**Ozuna et León-Galván, 2017**).

*Cucurbita pepo* L. est une plante comestible appartenant à la famille des cucurbitacées, et elle est connue dans le monde entier. En Algérie, *Cucurbita pepo* L. a été largement cultivée dans plusieurs grandes régions productrices, y compris les zones agricoles de la wilaya de Biskra, où la citrouille est considérée comme l'une des principales cultures de légumes, peut être inclus dans notre alimentation quotidienne. Et grâce à ses composants bioactifs, la citrouille a des vertus médicinales tels que l'effet antidiabétique, anticancéreux, antimicrobien, anti-inflammatoire et antioxydant (**Ratnam et al., 2017**).

Les citrouilles sont très sensibles à la détérioration microbienne et il est donc nécessaire de les sécher ou de les congeler afin de prolonger leur durée de conservation (**Doymaz, 2007**). Le séchage est l'une des méthodes les plus efficaces pour réduire la teneur en humidité et prolonger la durée de conservation (**Hawa et al., 2021**). La technique de séchage par convection est la méthode la plus utilisée pour réduire la teneur en eau des fruits et des légumes (**Briki, S. 2021**). En plus, la citrouille est recherchée dans l'industrie alimentaire en raison de sa richesse en nutriments essentiels, et caractéristiques nutritionnelles et fonctionnelles (**Shajan, A. E et al., 2024**).

Dans ce contexte, l'objectif global de ce travail est d'identifier les caractéristiques physico-chimiques et la qualité microbiologique, et d'optimiser les propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille.

Pour cela, nous avons structuré notre travail en trois parties principales.

La première partie est dédiée à une synthèse bibliographique comportant deux chapitres : le premier chapitre porte sur les citrouilles, tandis que le deuxième chapitre présente une vue d'ensemble du séchage, en mettant l'accent sur le séchage convectif.

# INTRODUCTION

---

La deuxième partie est consacrée aux travaux pratiques, où nous avons évalué les caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de la poudre de citrouille. Nous avons ensuite réalisé une optimisation des propriétés fonctionnelles de cette poudre en utilisant la méthodologie de surface de réponse.

La dernière partie expose les résultats obtenus avec des interprétations et des comparaisons avec d'autres recherches similaires, suivie d'une conclusion.

## **Partie I. Etude bibliographique**

## **Chapitre 1. Citrouille**

## I Généralité sur la citrouille

### I.1. Définition de la citrouille

La citrouille est une plante herbacée du genre *Cucurbita* et la famille de Cucurbitacées, elle est originaire d'Amérique et elle est réponde dans le monde entier (**Colagar, A. H et al.2012**). Les citrouilles varient en forme, taille, poids et couleur La plupart des citrouilles sont rondes, mais certaines sont oblongues en forme de poire. Les diamètres des citrouilles vont de 5 cm à plus de 50 cm (**Caili et al., 2006**).

### I.2. Origine et domestication de citrouille

La citrouille est une très ancienne plante retrouvée dans des restes archéologiques américains. Son origine est située en Amérique, mais il existe des *Cucurbita pepo* sauvages en Afrique (**Ghedira et Goetz, 2013**).

En Europe et en Russie, la consommation des courges s'est généralisée au les courges en XIXème siècle suite à la découverte du nouveau monde (**Marianne, 2006**).

### I.3. Description de la citrouille

La citrouille appartenant à la famille des Cucurbitacées est une culture saisonnière composée de mésocarpes succulents et de nombreuses graines (**Jinet autres., 2013**). Et traditionnellement utilisé comme aliment destiné à l'alimentation humaine et animale. La citrouille est originaire d'Amérique centrale et environ 26 espèces sont signalées dans le monde. (**Montesanoet autres., 2018**). La couleur orange de la peau et de la chair du potiron est due à la présence de caroténoïdes (**Azizahet autres., 2009**), aussi la courge est considérée comme un légume source d'antioxydants, riche en vitamines et en minéraux (**Rahman R, et al ,2019**).

### I.4. Classification de la citrouille

La citrouille appartient à la famille du melon *Cucurbitaceae* qui comprend environ 95 genres et 980 espèces (**Boumhiriz, 2017**). La culture de *C. pepo* est classée comme suit :

**Tableau 1:** classification de la citrouille (**Boumhiriz, 2017**).

<b>Règne</b>	<b>Plantae</b>
<b>Division</b>	Magnoliophyta
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Ordre</b>	Violales
<b>Famille</b>	Cucurbitaceae
<b>Genre</b>	Cucurbita L
<b>Espèce</b>	Cucurbita pepo L.

### **I.5. Composition chimique et molécules bioactives**

La citrouille est principalement composée de pulpe et de graines, et elle contient une grande quantité d'acides aminés, à la fois essentiels et non essentiels, qui sont indispensables pour le bon fonctionnement physique et mental (**Takahashi et al., 2011**). Parmi ces acides aminés, l'acide glutamique est présent en plus grande quantité parmi les essentiels, tandis que la lysine est plus abondante parmi les non essentiels.

En plus des acides aminés, la citrouille renferme d'autres composants importants tels que des protéines brutes, des graisses, des cendres, des fibres brutes, et elle est une source riche en énergie et en nutriments. Elle est également une excellente source des molécules bioactives : de polyphénols et de caroténoïdes, tels que la lutéine (qui lui donne une teinte jaune vif) et le  $\beta$ -carotène (qui lui donne une teinte orange) (**Dhiman et al., 2009**).

C'est une bonne source en éléments nutritifs tels que le potassium et les vitamines B2, C, E et des précurseurs de la vitamine A (**Gliemmo et al., 2009**).

**Tableau 2:**Composition nutritionnelle de la citrouille (Aimi Fadzirul, K et al., 2018)

<b>Constituant(s)</b>	<b>Teneur</b>	<b>AJR Selon Règlement (UE) (n° 1169/2011)</b>
Eau (g/100g)	89	/
Protéines (g/100 g)	4.0	50 (g)
Graisse (g/100 g)	0.2	70 (g)
Glucides (g/100 g)	2.0	260 (g)
Fibres (g/100 g)	2.4	2– 8 (g)
Ca (mg/100 g)	475	800 (mg)
P (mg/100 g)	175	700 (mg)
Fe (g/100 g)	0,8	14 (mg)
b-Carotène (mg/100 g)	10	/
Thiamine (mg/100 g)	0.08	1.1 (mg)
Riboflavine (mg/100 g)	0.06	1.4 (mg)
Niacine (mg/100 g)	0.3	16 (mg)
Acide ascorbique (mg/100 g)	80	375 (mg)
Al (mg/g poids sec)	9.21	2 (mg)
Cr (mg/g poids sec)	2.84	40 (ug)
Cu (mg/g poids sec)	15.4	1 (mg)
K (mg/g poids sec)	5.70	2000 (mg)
Mg (mg/g poids sec)	5.60	375 (mg)
Na (mg/g de poids sec)	6.90	/
Zn (mg/g de poids sec)	113	10 (mg)

## I.6. Production de la citrouille

### I.6.1. Dans le monde

La citrouille est cultivée à l'échelle mondiale sur environ 3 millions d'hectares, produisant 27,832 millions de tonnes produites dans le monde. La République populaire de Chine est le plus grand producteur de citrouilles au monde avec 7377604.84 tonnes de production par an. Inde arrive deuxième avec la production annuelle de 5 203 113,51 tonnes, L'Ukraine occupe la troisième position avec une production annuelle de 1 097 780 tonnes, suivie de près par la Russie avec 1 050 034 tonnes et les États-Unis sont les cinquièmes avec une production annuelle de 1 025 777 tonnes. (FAOSTAT, 2022).

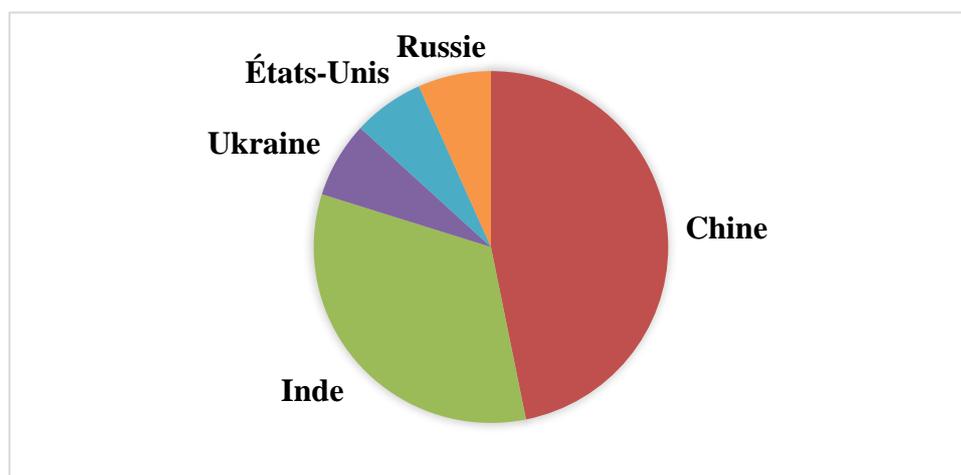


Figure1 :Grands producteurs de la citrouille

### I.6.2. En Algérie

En Algérie, la citrouille locale (*Cucurbita pepo*) 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).

## I.7. Utilisation de la citrouille

### I.7.1. Utilisation culinaire

La citrouille est devenue un ingrédient très prisé dans de nombreux produits alimentaires en raison de sa richesse en composants nutritionnels. Elle est largement utilisée dans diverses préparations culinaires, que ce soit sous sa forme fraîche ou comme ingrédient dans des recettes telles que les tartes, les soupes, les ragoûts et le pain (Ratnayake et al., 2004). La pulpe de citrouille est particulièrement appréciée pour la fabrication de confitures, de marmelades et de purées (Santos Jr., 2017).

De plus, l'incorporation de poudre de citrouille a été remarquée pour améliorer les caractéristiques rhéologiques, sensorielles et qualitatives du pain taftoon (**Davoudi et al., 2020**). Par ailleurs, la farine de graines de citrouille, riche en nutriments, trouve une application comme ingrédient fonctionnel et substitut de graisse dans les boulettes de viande de bœuf (**Öztürk et Turhan, 2020**). En outre, les fruits de la citrouille subissent souvent des processus de transformation pour donner lieu à divers produits tels que des aliments séchés, du jus de des cornichons (**Nawirska et al., 2009**).



**Figure2** :Utilisation culinaire de la citrouille

### **I.7.2. Utilisation industrielle**

La citrouille est hautement recherchée dans l'industrie alimentaire en raison de sa richesse en nutriments essentiels. Les citrouilles sont principalement cultivées pour leur chair savoureuse et leurs graines, qui sont utilisées dans l'alimentation humaine. De plus, leur poudre est également employée comme arôme dans divers produits alimentaires tels que les bonbons, le café et les produits de boulangerie, ainsi que dans l'alimentation du bétail (**Ceclu et Nistor, 2020**).

Outre sa chair, souvent mise en valeur pour ses qualités gustatives, les graines de citrouille suscitent un intérêt particulier en raison de leur composition chimique et de leurs propriétés thérapeutiques et industrielles (**Paris, H.S., 2017**). Elles sont utilisées pour extraire de l'huile, intégrées dans des produits de boulangerie ou consommées en tant que collation (**Schaffer, 2016**).

Les cucurbitacées sont également cultivées pour servir d'ornements, et les coquilles de courge séchées peuvent être utilisées comme conteneurs de stockage ou même comme instruments de musique. Certaines variétés de citrouilles sont utilisées à des fins médicales et autres (**McCreight, 2016**). En outre, la citrouille est présente dans l'industrie cosmétique, où elle est utilisée dans la fabrication de gommages pour la peau, de masques corporels, de beurre

corporel, d'huiles de massage, de lotions de massage et de masques faciaux secs. Elle est également utilisée dans la fabrication de compléments alimentaires, de suppléments nutritionnels et même de médicaments (**Hussain et al., 2022**).

## **Chapitre 02 : Séchage**

## I. Généralités sur le séchage

### I.1. Définition

Le processus de séchage est l'une des plus anciennes méthodes de conservation d'une large gamme d'aliment visant à éliminer l'eau des produits alimentaires en utilisant la chaleur obtenue à partir de l'air chaud ou de l'énergie solaire (Citra et al., 2021), qui vise à ralentir la prolifération des micro-organismes, à minimiser les réactions de détérioration liées à l'humidité, et à réduire le poids des produits pour faciliter leur transport (Rashmi et Negi, 2020). Cette technique permet également de prolonger la durée de vie des produits alimentaires (Hawa et al., 2021), tout en ayant un impact économique non négligeable sur les coûts de production (Belwal et al., 2022).

Dans le secteur alimentaire actuel, les produits séchés jouent un rôle crucial dans la chaîne d'approvisionnement. Bien que les fruits et légumes ne représentent qu'environ 1% du volume total de produits séchés dans l'industrie alimentaires (Ahmed et al., 2013).

### I.2. Objectif de séchage

L'utilisation du séchage dans les industries agroalimentaires est variée, visant notamment à :

- ❖ Prolonger la durée de conservation des produits (Alibas, 2007).
- ❖ Stabiliser les produits agricoles pour atténuer les effets saisonniers (Albitar, N. 2010).
- ❖ Transformer les produits par des réactions biochimiques ou biologiques.
- ❖ Stabiliser des co-produits industriels destinés à l'alimentation animale.
- ❖ Produire des ingrédients ou des additifs pour une seconde transformation, connus sous le nom de Produits Alimentaires Intermédiaires (PAI) (Nguyen, 2015).

Le séchage permet de réduire considérablement la masse et le volume des produits,

Ce qui facilite leurs transports et stockage (Briki, S. 2021).

### I.3. Principe de séchage

Le processus de séchage, relevant de la séparation thermique par dessiccation, consiste à extraire une quantité spécifique de solvant, principalement de l'eau, d'une substance par évaporation. Le résultat, désigné sous le terme "sec", est obtenu sous forme solide et peut présenter une variabilité de taille. Ce procédé requiert l'apport d'énergie pour vaporiser le

solvant, permettant ainsi sa libération de la substance sous forme de vapeur (**Vasseur, 2009**). L'élimination de l'eau peut être effectuée par trois voies principales :

#### **a. Voie mécanique**

Ce processus est caractérisé par un transfert de quantité de mouvement, se distinguant ainsi du transfert thermique. Plusieurs méthodes sont employées pour accomplir ce transfert, telles que la centrifugation, la filtration, l'égouttage, l'essorage et le pressage (**Bonazzi et Bimbenet, 2003**).

#### **b. Voie chimique**

Ce processus repose sur des traitements chimiques, notamment l'utilisation de solutions osmotiques, combinés à l'emploi de produits déshydratants tels que le chlorure de calcium, dans le but d'extraire l'eau (**Djouama M. H et Djeridi A, 2022**).

#### **c. Voie thermique**

Cette opération est fondamentalement un transfert de masse qui requiert une activation préalable de l'eau par l'apport d'une quantité définie d'énergie, généralement sous forme de transfert de chaleur (**Jaean-jacques B et al.,2003**).

Les deux transferts se déroulent en une phase externe et une phase interne : (**Talbi et Bechekour, 2017**)

- Transfert de chaleur externe, de la source de chaleur vers la surface du produit.
- Transfert de chaleur interne, de la surface vers le cœur du produit.
- Transfert de masse interne, du cœur vers la surface du produit.
- Transfert de masse externe de la surface du produit vers le milieu extérieur.

### **I.4. Méthodes de séchage**

Le processus de séchage peut être réalisé à l'aide de plusieurs méthodes, telles que l'exposition au soleil, le stockage dans un environnement sec, ou encore l'utilisation de l'air chauffé par le rayonnement solaire comme source de chaleur (**Houhou, 2012**), ce qui englobe différents types de séchage :

#### **I.4.1. Séchage solaire**

Le séchage solaire est souvent différencié du « séchage au soleil » par l'utilisation d'équipements permettant de collecter le rayonnement solaire afin d'exploiter l'énergie radiative

pour les applications de séchage. Le séchage au soleil, pratiqué couramment dans de nombreux pays, surtout là où la température ambiante atteint les 30 °C ou plus, utilise également le soleil comme source de chaleur. En général, une surface en aluminium à l'intérieur du dispositif de séchage contribue à augmenter la température, tandis que la ventilation accélère le processus de séchage (**Ahmed et al., 2013**).

L'utilisation de l'énergie solaire pour le séchage des produits alimentaires est répandue à travers le monde, et une gamme variée de séchoirs solaires est disponible pour cette pratique. Ces séchoirs peuvent être utilisés pour sécher une grande diversité d'aliments, y compris les céréales, les fruits, la viande, les légumes et le poisson (**Benseddik, A. 2018**).

Le séchage solaire typique améliore le système traditionnel de séchage en plein air de plusieurs façons significatives : (**Chua et al., 2003**)

Premièrement, le vitrage translucide ou transparent au-dessus de la zone de collecte emprisonne la chaleur à l'intérieur du séchoir, augmentant ainsi la température de l'air.

Deuxièmement, la flexibilité d'élargir la zone de collecte solaire permet une plus grande collecte de l'énergie solaire. Les aliments peuvent être séchés plus rapidement, moins de pertes seront perdues immédiatement après la récolte.

Les produits alimentaires sont séchés dans un environnement contrôlé, ils sont moins susceptibles d'être contaminés par des parasites et peuvent être stockés avec moins de risques de croissance de champignons toxiques.

Le séchage des aliments à des températures optimales et dans un laps de temps plus court leur permet de conserver une plus grande partie de leur valeur nutritionnelle, comme la vitamine C. Réduisant ainsi la demande de combustibles conventionnels peut entraîner des économies significatives (**Aware et Thorat, 2012**).

#### **I.4.2. Séchage au soleil**

Le séchage au soleil est une méthode traditionnelle employée pour déshydrater les produits agricoles, réduisant ainsi leur teneur en humidité et prévenant leur détérioration pendant une période considérée comme sûre pour le stockage (**Sacilik et al., 2006**).

Dans ce processus, les aliments sont exposés directement aux rayons du soleil, que ce soit en les plaçant sur le sol ou en les suspendant dans les airs. Cette méthode est souvent considérée comme la moins coûteuse pour le séchage des aliments (**Chua et al., 2019**).

L'énergie solaire est une source d'énergie alternative importante, préférée pour ses caractéristiques abondantes, inépuisables et non polluantes (**Sobukola et al., 2007**). De plus, elle est renouvelable, économique et respectueuse de l'environnement (**Basunia et Abe, 2001**).

Cependant, le séchage au soleil présente plusieurs inconvénients, notamment les contaminations environnementales, les pertes de produits et les contaminations par les insectes et les oiseaux, les exigences d'espace au sol, la difficulté de contrôler le processus, et la mauvaise odeur (**Rahman et Perera, 2007**).

#### **I.4.3. Séchage par conduction**

Il s'agit de sécher directement le produit à traiter avec une source de chaleur à l'aide d'une surface conductrice de chaleur (**Xavier, 2003**). Le contact direct entre le produit et une paroi chauffée fournit l'énergie thermique nécessaire au séchage. Les vapeurs libérées par le séchage sont soit aspirées (séchage par ébullition), soit entraînées par un gaz de balayage dont le débit est toujours faible (**Charreau et Cavallé, 1991**). Ce type de séchoir devient ainsi particulièrement attrayant lorsqu'il est nécessaire de réduire les émissions de gaz résiduels. (**Perré, P. 2004**)

#### **I.4.5. Séchage par infrarouge (IR)**

Le séchage par infrarouge permet d'évaporer l'eau ou le solvant à haute température. Cette méthode est également considérée comme une approche prometteuse pour obtenir des aliments séchés de haute qualité (**Vishwanathan et al., 2010**). Dans le processus de séchage par infrarouge, le rayonnement frappe les surfaces exposées des aliments et pénètre à l'intérieur, se convertissant en chaleur interne par la vibration moléculaire du matériau (**Pan et al., 2008**). L'utilisation de l'infrarouge pour déshydrater les aliments présente plusieurs avantages potentiels : elle peut réduire le temps de séchage, améliorer l'efficacité énergétique, maintenir une température uniforme à l'intérieur des aliments, éliminer les micro-organismes et inhiber partiellement les réactions enzymatiques de certains aliments, contribuant ainsi à la production de produits finis de meilleure qualité (**Krishnamurthy et al., 2008**). De plus, ce procédé de séchage est très efficace pour l'élimination de l'eau, surtout lorsque le produit à sécher n'est pas thermosensible (**Chalal, 2008**).

#### **I.4.6. Séchage par pulvérisation**

Le séchage par pulvérisation est une méthode largement utilisée dans l'industrie alimentaire pour produire en masse des poudres alimentaires telles que le lait, les fruits et les légumes (**Kha et al., 2010**). Pendant ce processus, la solution alimentaire est transformée en

fines gouttelettes atomisées dans un flux d'air chaud (**Saravacos et Kostaropoulos, 2002**). Ces gouttelettes liquides sont rapidement déshydratées en quelques secondes grâce à des transferts de chaleur et de masse efficaces (**Toledo, 2007**), aboutissant à un produit final sous forme de poudre, de granulés ou d'agglomérats (**Nindo et Tang, 2007**).

Cette méthode présente plusieurs avantages, notamment une vitesse de séchage élevée, un débit de production important et une opération continue (**Filková et Mujumdar., 2020**). Cependant, en raison des températures élevées impliquées dans le processus de séchage par pulvérisation, certaines caractéristiques qualitatives et sensorielles des aliments peuvent être altérées, telles que la teneur en vitamine C, en bêta-carotène, ainsi que les arômes et les saveurs (**Dziezak, 1988**). De plus, il peut être difficile de pulvériser efficacement des matières sèches riches en sucre, comme la mangue, car elles ont tendance à adhérer aux parois du séchoir (**Caparino, 2012**).

#### **I.4.7. Séchage sous vide**

Le séchage sous vide est une méthode où les denrées alimentaires sont déshydratées à des pressions réduites, tandis que le point d'ébullition de l'humidité à l'intérieur des aliments diminue, permettant ainsi son évaporation à des températures basses (**Sagar et al., 2010**). Cette technique est souvent privilégiée pour les aliments sensibles à la chaleur et susceptibles de subir des changements de couleur, d'apparence et de perte de nutriments lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées. Au cours des dernières années, le séchage sous vide a gagné en popularité pour le traitement des aliments riches en composés hautement bioactifs en raison de sa capacité à prévenir l'oxydation (**Menon et al., 2020**).

#### **I.4.8. Séchage par lyophilisation**

La lyophilisation est un processus de séchage dans lequel les aliments sont d'abord congelés puis séchés par sublimation directe de la glace sous pression réduite (**Waghmare et all., 2021**).

Ce procédé est largement reconnu comme étant la méthode de séchage la plus efficace pour produire des aliments déshydratés de haute qualité. Il permet de conserver des denrées alimentaires périssables et des substances biologiques et chimiques sensibles pendant plusieurs années sous vide et dans un emballage opaque, sans altération significative de leur valeur nutritive ou de leurs caractéristiques organoleptique (**Harguindeguy et all., 2020**).

Cependant, ce procédé présente des inconvénients, notamment des coûts de production élevés, une consommation énergétique importante et des débits de production relativement

faibles (**Ratti, 2001**). De plus, il nécessite un emballage hermétique car le produit lyophilisé est très hygroscopique (**Hsu et al., 2003**). Aussi il est uniquement applicable aux aliments sous forme de poudre ou de petits morceaux, car sinon la durée de séchage et la consommation d'énergie deviennent prohibitives (**Caparino, 2000**).

#### **I.4.9. Séchage convectif**

Le séchage consiste à éliminer une partie de l'eau d'un produit humide par évaporation. Généralement l'objectif de ce séchage est d'abaisser la teneur en eau de telle sorte que son activité de l'eau soit portée à une valeur permettant sa conservation à température ordinaire pour des longues durée (**Remache.L et Belhamri.A ,2008**). Et réduire les réactions de dégradation et diminuer la masse pendant le transport (**Rashmi et Negi, 2020**).

##### **I.4.9.1. Les facteurs agissent sur le séchage convectif**

L'opération de séchage convectif peut être considérée comme un ensemble d'échanges couplés de chaleur (enthalpie) et de matière (eau) entre l'air et le produit, qui se poursuivent tant que l'évaporation de l'eau maintient le produit un peu plus froid que l'air environnant, c'est-à-dire hors d'équilibre (**Vasseur, 2012**).

La cinétique de séchage est influencée par de nombreux facteurs, notamment la nature du produit (sa sensibilité à la chaleur, sa composition, sa teneur initiale en humidité et sa forme), les caractéristiques de l'air (température, vitesse, humidité) et la différence de pression partielle de vapeur entre la surface du produit et l'air environnant (**N Hashim et al,2014**).

##### **I.4.9.2. Transfert de matière et de chaleur**

Au cours du séchage, la vapeur d'eau est générée dans le produit ou à la surface du produit puis transférée vers l'atmosphère loin de la surface d'échange. Le transfert de matière vers la surface a lieu en phase liquide ou/et en phase vapeur (**X Mkhize et al,2023**).

Quatre étapes ont ainsi lieu :

Tout d'abord, un transfert de chaleur du milieu extérieur vers la surface du produit, Ensuite, un transfert de chaleur au sein du produit, Puis, un transfert de la matière (eau liquide et/ou vapeur) interne vers la surface d'échange, Et enfin, le transport de l'eau sous forme vapeur vers le milieu extérieur (**X Mkhize et al,2023**).

##### **I.4.9.3. Impact du séchage convectif sur la qualité de la citrouille**

La qualité de la citrouille séchée par voie convective dépend de la nature et de la qualité de la matière première et des conditions opératoires de séchage.

La connaissance de la répartition de la température et de l'humidité dans le produit est essentielle pour la conception des processus et le contrôle qualité.

De plus, les conditions de séchage peuvent être directement liées au temps de séchage et à la demande énergétique (**Babalís et Belessiotis, 2004**).

#### **I.4.9.4. Importance de séchage convectif**

Le séchage convectif est un processus de déshydratation à l'avantage d'être rapide peut prolonger la durée de conservation, augmenter les niveaux de stockage et permettre un transport facile en raison d'une capacité de poids réduite (**J.M. Dotto, J.S. Chacha, 2020**). Et à conserver les propriétés phénoliques solubles, notamment la teneur en flavonoïdes et les niveaux d'antioxydants, tout en évitant la perte et la dégradation des arômes. (**Roman et al., 2020**).

## **Partie II. Matériel et méthodes**

## Matériel et méthodes

### I. Matériel végétal

La citrouille de l'espèce *Cucurbita pepo*, provenant de la région de Blida, a été acquise sur le marché local. Après la récolte, elle est soumise à un processus de prétraitement comprenant le lavage pour éliminer les impuretés (les pulpes et la peau). Par la suite, elle est préparée en petits morceaux de 2 mm de diamètre et soumise à un processus de séchage dans un séchoir convectif, où une température de 60°C est maintenue pendant une période de 4 heures, afin de réduire son contenu en humidité. Après le séchage, la courge est laissée à refroidir à température ambiante pendant une demi-heure afin de permettre une stabilisation thermique. Elle a ensuite été réduite en poudre à l'aide d'un broyeur électrique, suivie d'une opération de tamisage visant à obtenir une granulométrie homogène. Enfin, la poudre ainsi obtenue est conditionnée dans des récipients en verre hermétiques pour assurer sa conservation, en préservant son intégrité contre l'humidité et d'autres facteurs environnementaux. (Voir Annexe 1)

### II. Analyses physico-chimiques

#### II.1. Détermination de l'acidité titrable (Ilkay et Aziz,2011)

La méthode utilisée pour la détermination de l'acidité titrable est décrite par (Ilkay et Aziz,2011) ; le titrage de l'acidité se fait avec une solution de NaOH (0.05N) en présence phénolphthaléine comme indicateur coloré. Le mode opératoire est détaillé en (Annexe 2)

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

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

N : Normalité de la soude utilisée ;

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

m : Masse, en grammes, de produit prélevé ;

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

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

## II.2. Détermination de la teneur en humidité (JORA n° 08 – 2013)

La teneur en eau est la perte de masse, exprimée en pourcentage, subie par le produit dans les conditions décrites dans méthode détaillée en (Annexe 3) son principe est de Séchage le produit à une température comprise entre 130°C et 133°C, à pression atmosphérique normale.

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

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Où :

$m_0$  : est la masse, en grammes, de la capsule et de son couvercle ;

$m_1$  : est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai avant séchage

$m_2$  : est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai après séchage.

## II.3. Dosage du taux de cendres par incinération (NA.2171.2007)

Les cendres totales sont le résidu de composés minéraux qui reste après l'incinération D'un échantillon contenant des substances organiques. Selon (NA.2171.2007), L'Incinération de la prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organiques puis pesée du résidu obtenu. Le résidu obtenu est floconneux après incinération à 550 °C et vitrifié après incinération à 900 °C. De façon générale, les produits contenant des sels (chlorure de sodium, pyrophosphate par exemple) doivent être incinérés à (550 ± 10) °C.

L'échantillon a été analysé en suivant le protocole détaillé dans (Annexe 4)

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

$$(m_2 - m_1) \frac{100}{m_0} * \frac{100}{100 - Wm}$$

Où :

$m_0$  : est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération ;

$m_2$  : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération et du résidu d'incinération ;

$W_m$  : est la teneur en eau, en pourcentage par masse,

#### II.4. Dosage des protéines totale « NA 1185-1990, ISO1871 » (Kjeldahl)

La teneur en protéines totales est déterminée après dosage de l'azote total par la méthode de KJELDAHL, dont le principe consiste à minéraliser l'échantillon par l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur. L'azote organique est ainsi transformé en azote ammoniacal, l'ammoniac est déplacé par la lessivé de soude, l'azote est dosé après l'avoir piégé dans de l'acide borique en présence d'un indicateur coloré.

La teneur en protéine a été déterminée en suivant le protocole décrit dans (**Annexe 5**)

Expression des résultats

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

$$N\% = \frac{(v_1 - v_2) \times T \times 0.014 \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

Avec :

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

$V_1$  : Volume en ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ , 0,1N) utiliser dans le titrage.

$V_2$  : Volume en ml d'acide sulfurique utilisé dans l'essai a blanc

$H$  : Taux d'humidité

Le pourcentage de protéines s'obtient en multipliant la quantité d'azote par le facteur 6,25.

$$P\% = N\% \times 6.25$$

## II.5. Dosage de matière grasse par extraction solide-liquide Soxhlet (NF ISO 11085)

L'analyse consiste à l'extraction de la matière grasse selon la méthode de Soxhlet (**Voire Annexe 6**), l'aliment solide est pesé avant d'être placé dans une capsule de cellulose. L'hexane à ébullition extrait continuellement l'échantillon, qui dissout progressivement la matière grasse. Un effet de siphon dans le coude latéral provoque des déversements successifs du solvant contenant la matière grasse dans le ballon. La matière grasse s'accumule dans le ballon jusqu'à ce que l'extraction soit terminée car seul le solvant peut s'évaporer de nouveau. L'hexane est généralement évaporé sur un évaporateur rotatif une fois l'extraction terminée et la matière grasse est pesée. Les capsules de cellulose sont perméables au solvant et à la matière grasse dissoute dans celui-ci.

### Expression des résultats

La teneur en lipides est donnée par la relation suivante :

$$MG\% = (P2 - P1)/P0 \times 100$$

P1 : poids du ballon à vide

P2 : poids du ballon contenant les lipides

P0 : Poids de la prise d'essai.

## III. Analyses microbiologiques

Pour garantir la conformité du produit avec les normes réglementaires algériennes, nous avons procédé à des analyses microbiologiques dans les laboratoires de l'ISTA et au Laboratoire Contrôle de la Qualité et de la Répression des Fraudes de Blida.

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

**Tableau 3:** Analyses microbiologiques applicables aux 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
Fruits et légumes prêts à l'emploi	<i>Germe aérobie à 30°C</i>	Journal officiel n°71-20.11.2019 (art.11.09.2019) (Annexe 7)	5	2	5*10 <sup>6</sup>	5*10 <sup>7</sup>
	<i>Escherichia coli</i>	Journal officiel n°64-07.11.2017 (Art. 13.06.2017) (Annexe 8)	5	2	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>
	<i>Salmonella</i>	Journal officiel n°44-23.07.2017 (Art.05.02.2017) (Annexe 9)	5	0	Absence dans 25g	

#### IV. Optimisation des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille

La méthodologie des plans d'expériences (MPE) est une stratégie utilisée dans la planification d'expériences scientifiques et industrielles dans le but de recueillir des informations pertinentes pour les objectifs fixés au préalable. Pour analyser ces données, on fait appel à des méthodes statistiques (Berkane N, 2019).

La méthodologie de surface de réponse trouve son origine dans la nécessité de modéliser les variations d'une grandeur significative d'un phénomène, désignée comme la réponse, en relation avec des variables aléatoires, également appelées stimuli. (**Lepadatu, D. 2006**).

La méthodologie de la surface de réponse, intégrée dans les plans d'expériences, se présente comme une synergie entre les techniques statistiques et mathématiques, déployée dans le but d'optimiser, développer et améliorer des processus (**Linder, 2005**). Son application permet d'évaluer la corrélation entre un ensemble de facteurs expérimentaux contrôlés et les résultats observés, offrant ainsi un outil précieux pour la gestion des variables et la compréhension de leur influence sur la réponse (**Fadil et al., 2015**).

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

$$B_0 + \sum_{i=1}^K B_i X_i + \varepsilon$$

Où

y est la réponse,

$B_0$  est un terme constant,  $B_i$  le coefficient linéaire du paramètre,

$X_i$  les variables et  $\varepsilon$  une valeur résiduelle associée à l'expérimentation (**Erbas et al., 2016**).

Dans cette recherche, nous adoptons un modèle de conception de type Box-Behnken Design (BBD) à trois paramètres. Cette sélection méthodologique est motivée par l'objectif de créer un modèle quadratique de second ordre pour la variable de réponse. Cette approche offre divers avantages, notamment une optimisation efficiente des ressources expérimentales, permettant ainsi de maximiser l'acquisition d'informations dans un laps de temps restreint et avec un nombre réduit d'expériences (**Zhang et al., 2011**).

### ➤ Le design expérimental

Les surfaces de réponses sont obtenues à l'aide du logiciel statistica version 12 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 de rétention d'eau et la capacité de rétention d'huile, en fonction des variables communes aux deux réponses considérées sont le temps de centrifugation, le temps de repos et le ratio solide/liquide.

### IV.1. Détermination de la capacité de rétention d'eau

La capacité de rétention d'eau a été déterminée selon une adaptation de la méthode décrite par (Yuliana et al.2014). La poudre de citrouille a été dispersée dans de l'eau selon divers ratios et durées spécifiés dans le tableau expérimental (**Tableau n°5**), Chaque mélange a ensuite été soumis à une centrifugation à intervalles de temps variables pour analyser l'effet de ces paramètres sur les résultats obtenus. Le surnageant résultant de la centrifugation a été collecté et pesé. (**Voir Annexe 10**)

La capacité de rétention d'eau a été calculée selon la formule suivante :

$$C = \frac{P2 - P1}{P0}$$

P0 : le poids de l'échantillon sec (g),

P1 : le poids du tube et de l'échantillon sec (g)

P2 : poids du tube et du sédiment (g)

**Tableau 4:**Niveaux des variables pour la capacité de rétention d'eau

Variables	-1	0	+1
Ratio solide/liquide (g/ml)	0.5 / 10	1 / 15	1.5g / 20
Temps de repos (heurs)	6	12	24
Temps de centrifugation (min)	15	20	25

Le BBD propose un protocole de 15 expériences en raison du nombre de variables, comme illustré dans le tableau suivant :

**Tableau 5:** Protocole expérimentale pour l'optimisation de la capacité de rétention d'eau

Essais	Ratio solide-liquide	Temps de repos	Temps de centrifugation
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

#### IV.2. Détermination de la capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile a été déterminée en adaptant la méthode décrite par (Yuliana et al. 2014). La poudre de citrouille a été dispersée dans de l'huile de tournesol selon des ratios et des durées spécifiés dans un tableau expérimental (Tableau n°7). Chaque mélange a ensuite

été soumis à une centrifugation à des intervalles de temps variables afin d'analyser l'influence de ces paramètres sur les résultats obtenus. Le surnageant résultant de la centrifugation a été prélevé et son poids a été mesuré pour évaluer la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille. (Voir Annexe 11)

La capacité de rétention d'huile, exprimée en millilitres d'huile, a été calculée selon la formule suivante :

$$H = \frac{V1 - V2}{P}$$

P : le poids de l'échantillon sec (g)

V1 : le volume de la poudre et de l'huile contenues dans le tube

V2 : le volume de l'huile restante (ml)

**Tableau 6:** Niveaux des variables pour la capacité de rétention d'huile

Variables	-1	0	+1
Ratio solide/liquide (g/ml)	0.5 / 6	1 / 8	1.5 / 10
Temps de repos (heurs)	6	12	24
Temps de centrifugation (min)	15	20	25

En conséquence du nombre de variables, un protocole de 15 expériences est proposé par le BBD comme le montre le (Tableau n°7).

**Tableau 7:** Protocole expérimentale pour l'optimisation de la capacité de rétention d'huile

<b>Essais</b>	<b>Ratio solide-liquide</b>	<b>Temps de repos</b>	<b>Temps de centrifugation</b>
<b>1</b>	0	0	0
<b>2</b>	0	0	0
<b>3</b>	1	0	1
<b>4</b>	1	0	-1
<b>5</b>	-1	-1	0
<b>6</b>	-1	1	0
<b>7</b>	1	1	0
<b>8</b>	0	-1	-1
<b>9</b>	0	0	0
<b>10</b>	-1	0	1
<b>11</b>	1	-1	0
<b>12</b>	0	1	1
<b>13</b>	0	-1	0
<b>14</b>	0	1	-1
<b>15</b>	0	-1	1

### **Partie III. Résultat et discussion**

## I Résultats des analyses physico chimiques

Les résultats des analyses physicochimiques de la poudre de citrouille sont mentionnés dans le tableau ci-dessus

**Tableau 8:** Résultats des analyses physico chimiques

Produits	Résultats
Analyses	
Acidité titrable (%)	$4 \pm 0.1$
Teneur en humidité (%)	$13.20 \pm 0.02$
Taux de cendres (%)	$7.68 \pm 0.1$
Teneur en protéine (%)	$13.02 \pm 0.15$
Teneur en matière grasse (%)	$2.30 \pm 0.24$

Dans le but d'analyser les résultats obtenus dans le (**Tableau n°8**), nous avons mené une comparaison entre notre produit (A) et les produits (B) et (C) présentés par (**Anitha et al. 2020**) et (**Aydin et Gocmen 2015**)

### I.1. Acidité titrable

L'acidité de notre produit est de 4% qui va lui permettre une meilleure conservation afin de prolonger sa durée de vie et d'inhiber prolifération des micro-organismes.

### I.2. Teneur en humidité

La teneur en eau est le paramètre principal des produits alimentaires qui influence la durée de stockage. Il est connu que la durée de conservation des produits à forte teneur en humidité est plus courte que celle des produits à faible teneur en humidité (**Rakcejeva, 2011**). D'après les résultats mentionnés dans le (**Tableau n°8**), le produit (A) présente la teneur en humidité la plus élevée, suivi par le produit (C). En revanche, le produit (B) affiche la teneur en humidité la plus faible. Ces différences sont attribuables à la variété de citrouille utilisée dans chaque produit ainsi qu'aux conditions de séchage. Le produit (A) utilise la variété *Cucurbita pepo*, le produit (B) utilise *Cucurbita maxima*, et le produit C utilise *Cucurbita moschata*. En ce qui concerne les conditions de séchage, le produit (A) a été séché à une température de 60 °C pendant 4 heures, le produit (B) a subi un prétraitement de blanchiment à 94 °C pendant 2

minutes, suivi d'un séchage à 65 °C pendant 7 à 8 heures, et le produit (C) a été séché à une température de 60 °C pendant 24 heures.

### **I.3. Taux de cendres**

Les résultats présentés dans le (**Tableau n°8**) indiquent que le taux de cendres du produit (A) est le plus élevé, suivi par le produit (C), et enfin le produit (B). Cette variation peut être attribuée aux différences de composition minérale des variétés de citrouilles utilisées dans chaque produit, ainsi qu'aux conditions de culture spécifiques.

Les disparités observées reflètent l'influence des facteurs génétiques inhérents à chaque variété de citrouille, en combinaison avec les pratiques agricoles employées, telles que le type de sol, les apports en nutriments, et les conditions climatiques. Ces facteurs jouent un rôle déterminant dans la concentration et la disponibilité des minéraux dans les citrouilles, impactant ainsi directement la teneur en cendres des produits finaux

### **I.4. Teneur en protéines**

Nous avons conclu d'après l'étude comparative entre la teneur en protéine de notre produit (A) par rapport aux produit (B) et (C) que la teneur en protéines de notre produit (A) telle qu'elle est indiquée dans le (**Tableau n°8**) est inférieure par rapport au produit (B) et supérieure par rapport au produit (C) en raison de la différence de variété de citrouille peuvent naturellement contenir des teneurs variés en protéines en raison de leur composition génétique distinctes et les conditions de cultures spécifiques, ainsi que les conditions de séchage qui peuvent entraîner des pertes de protéines en raison de l'exposition à la chaleur.

### **I.5. Teneur en matière grasse**

L'analyse comparative de la teneur en matière grasse de notre produit (A) par rapport aux produits (B) et (C) nous a permis de conclure que : La teneur en matière grasse de notre produit (A) telle qu'elle est présentée dans le (**Tableau n°8**) est plus élevée que celle du produit (B), et il existe une similitude entre (A) et (C) en raison de la différence de variété de citrouille qui influence la teneur initial en matière grasse, les conditions de culture ,y est compris le sol, le climat et les pratiques agricoles, peuvent également affecter la concentration lipidique ainsi que les conditions de séchage qui peuvent provoquer l'oxydation des lipides ,réduisent ainsi leur teneur.

## I. Résultats des analyses microbiologiques

Le tableau suivant montre les résultats des analyses microbiologiques effectués sur la poudre de citrouille

**Tableau 9:**Résultats des analyses microbiologiques.

Microorganisme	Limites microbiologiques (ufc/g)		Résultats
	m	M	
Germe aérobie à 30°C	$5 \cdot 10^6$	$5 \cdot 10^7$	Absence
<i>Escherichia Coli</i>	$10^2$	$10^3$	Absence
<i>Salmonelle</i>	Absence dans 25g		Absence

Selon le journal officiel algérien n°39 du 02 juillet 2017, les résultats obtenus dans le tableau ci-dessus montre que les germes recherchés ont marqué leur absence totale, cela garantie la conformité de la poudre de citrouille est assurée par une combinaison de facteurs essentiels.

Tout d'abord, le séchage effectué dans des conditions appropriées favorise l'élimination des micro-organismes présents dans la poudre de citrouille. De plus, préservation de qualité microbiologique en respectant les conditions de stockage. Enfin, la maîtrise des protocoles d'analyse garantit une évaluation précise de la sécurité microbiologique de la poudre de citrouille.

## II. Détermination des propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille

### II.1. Optimisation des paramètres influençant la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.

Dans le but d'optimiser les paramètres influençant la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille, nous avons utilisé la Méthodologie de Surface de Réponse (MSR). Le logiciel Statistica 12 (Statsoft, USA) a été utilisé pour la conception d'un plan de 15 expériences, type Box-Behnken, nous permettant de déterminer la combinaison optimale entre les trois paramètres (ratio Solide -liquide, temps de repos et le temps de centrifugation).

En conséquence, par la MSR, nous avons pu déterminer l'équation qui permet de calculer la capacité de rétention d'eau en variant les différents paramètres, comme le montre le (**Tableau n°10**)

**Tableau 10:**Résultats du modèle en fonction des différentes combinaisons

Expériences	Ratio solide-liquide (g/ml)	Temp de repos (min)	Temp de centrifugation (heure)	CRE (g)
1	0	0	0	7,35
2	0	0	0	7,31
3	1	0	1	6,34
4	1	0	-1	<b>5,97</b>
5	-1	-1	0	7,44
6	-1	1	0	<b>8,66</b>
7	1	1	0	6,86
8	0	-1	-1	6,98
9	0	0	0	7,69
10	-1	0	1	7,77
11	1	-1	0	6,42
12	0	1	1	8,09
13	0	-1	0	6,96
14	0	1	-1	7,23
15	0	-1	1	7,38

La valeur maximale de la capacité de rétention d'eau est de **8.66** g d'eau/ g de poudre de citrouille, tandis que la valeur minimale est de **5.97** g d'eau/g de poudre de citrouille.

Cette valeur est aussi supérieure à celles des fibres de citron, pamplemousse, souchet et les fibres de grenade (**López-Marcos et al., 2015**).

Il en est de même pour la farine de différents légumes secs, à savoir pois chiches, lentilles, haricots et fèves (**Du et al., 2014**), ainsi que pour la farine de maïs et le mélange farine de maïs avec farine de blé (**Shad et al., 2013**).

Cette propriété est importante car elle est directement liée à la capacité épaississante de la farine de citrouille. Une farine de citrouille avec une CRE élevée peut absorber plus d'eau, ce qui augmente son volume et sa viscosité lorsqu'elle est mélangée à des liquides. Cela permet à la farine d'épaissir les mélanges alimentaires (**Aljahani, A. H. 2022**).

### II.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 11:** Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.

Facteur	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	p
<b>(1) Ratio solide-liquide (g/ml) (L)</b>	<b>3,161630</b>	<b>1</b>	<b>3,161630</b>	<b>51,49521</b>	<b>0,000095</b>
Ratio solide-liquide (g/ml) (Q)	0,310797	1	0,310797	5,06213	0,054574
<b>(2) Temp de repos (min)(L)</b>	<b>1,153795</b>	<b>1</b>	<b>1,153795</b>	<b>18,79249</b>	<b>0,002495</b>
Temp de repos (min)(Q)	0,140806	1	0,140806	2,29339	0,168388
<b>(3) Temp de centrifugation (heure)(L)</b>	<b>0,430162</b>	<b>1</b>	<b>0,430162</b>	<b>7,00629</b>	<b>0,029395</b>
Temp de centrifugation (heure)(Q)	0,172876	1	0,172876	2,81572	0,131864
<b>Erreur</b>	<b>0,491173</b>	<b>8</b>	<b>0,061397</b>		
<b>Total somme des carrés</b>	<b>6,683200</b>	<b>14</b>			

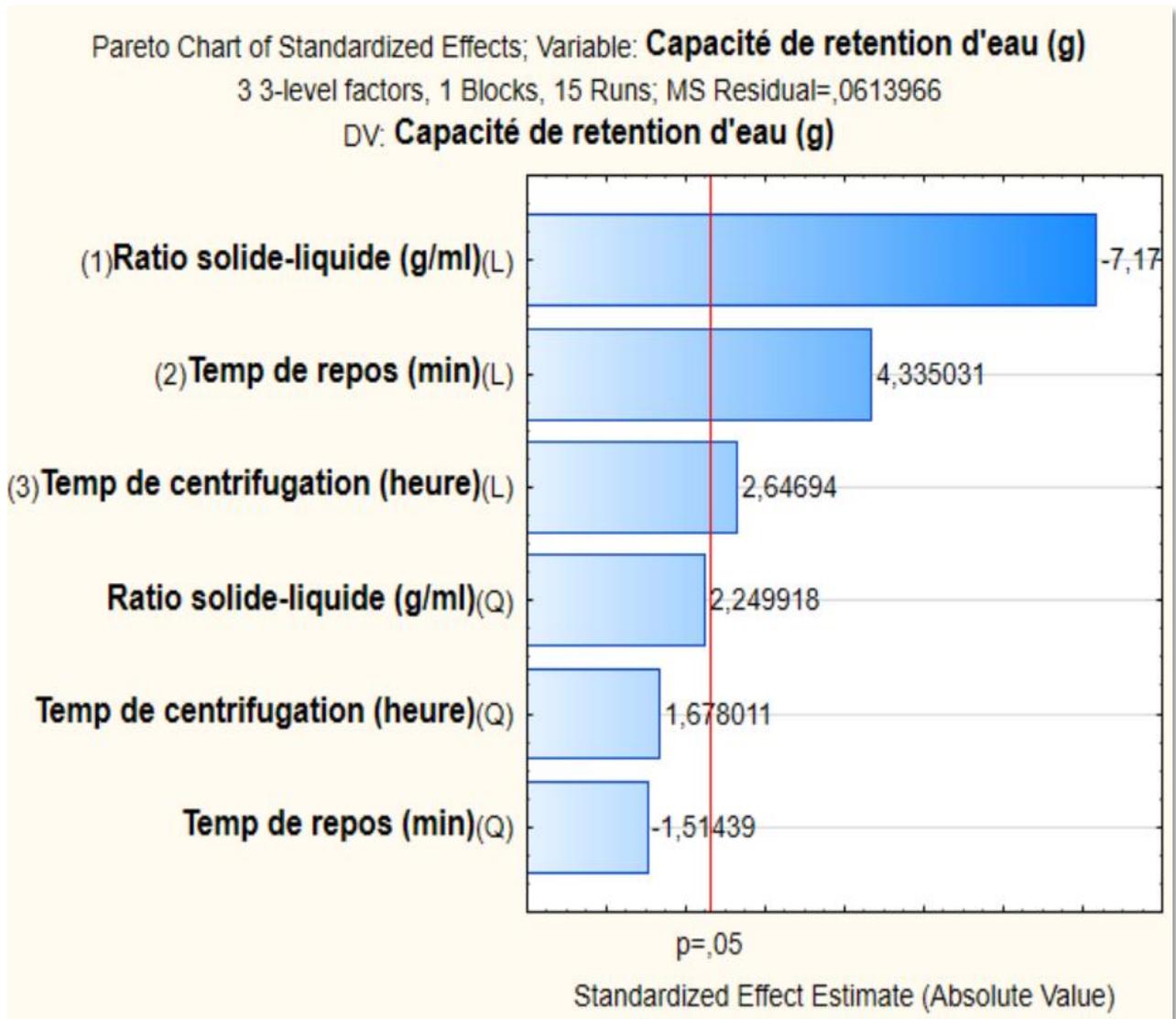
L'influence des paramètres est significative si la valeur de p inférieure à 0,05 (**Tan et al., 2014**).

#### A. Analyse de screening

Pour étudier les influences réelles des trois facteurs vis-à-vis des variations de la réponse nous avons effectué une analyse screening. L'étude selon le plan Box-Behnken permet d'examiner toutes les combinaisons possibles des facteurs considérés dans l'analyse, chaque facteur étant évalué à trois niveaux.

Le diagramme de Pareto permet de fixer une limite de **p = 0.05**, entre les facteurs influents et non influents.

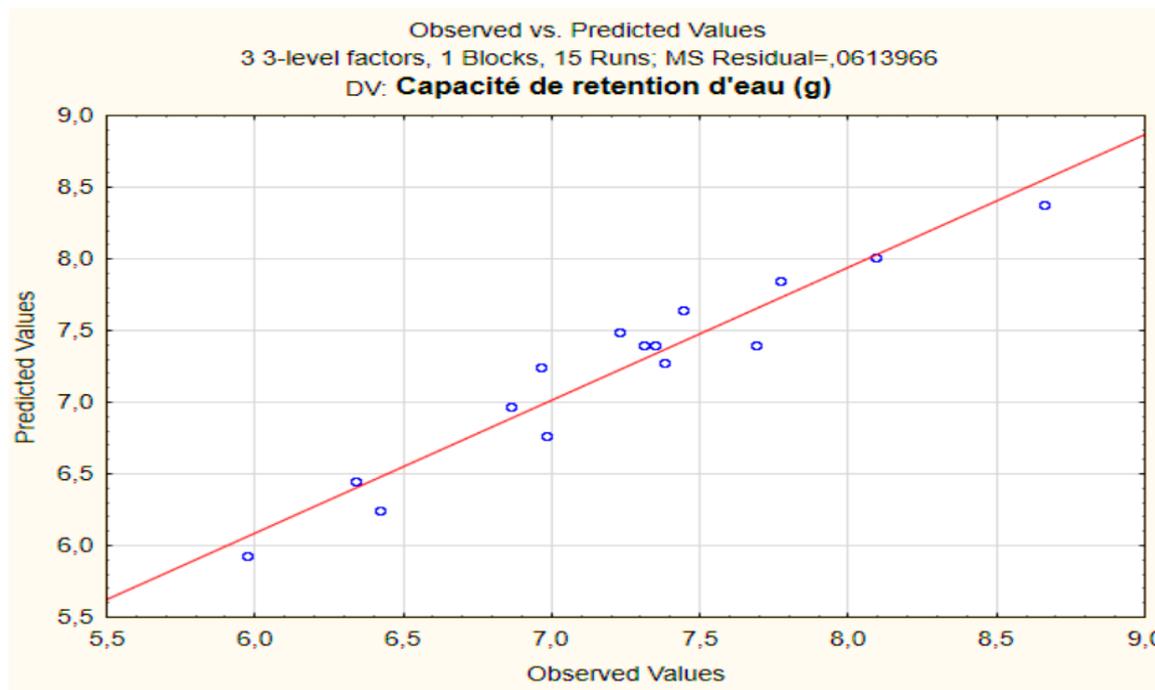
Le diagramme de Pareto, présenté à la (**Figure n°3**), révèle que trois facteurs influencent la capacité de rétention d'eau. Le ratio solide -liquide linéaire est le facteur le plus significatif, suivi par le temps de repos linéaire, tandis que le temps de centrifugation linéaire est le moins significatif parmi ces trois facteurs.



**Figure 3:** Diagramme de Pareto des effets pour la capacité de rétention d'eau

### **B. 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 0.93.



**Figure 4:** Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille

### C. Modélisation statistique de la capacité de rétention d'eau

Les résultats d'analyse de variance présentée sur le (Tableau n °12) montrent que les effets linéaires de ratio solide liquide et temps de repos 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 de repos et temps de centrifugation ne sont pas significatifs car la valeur de p est supérieure à 0.05

**Tableau 12:** Estimation des effets de surface de réponse de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.

Facteur	Effet	Std.Err.	t(8)	p	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt	Coeff.	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt
Intercept.	7,19412	0,077139	93,26172	0,000000	7,01624	7,372007	7,194124	7,016241	7,372007
<b>(1) Ratio solide-liquide (g/ml) (L)</b>	<b>-1,40263</b>	<b>0,195460</b>	<b>-7,17602</b>	<b>0,000095</b>	<b>-1,85336</b>	<b>-0,951895</b>	<b>-0,701314</b>	<b>-0,926680</b>	<b>-0,475948</b>
<b>Ratio solide-liquide (g/ml) (Q)</b>	0,29505	0,131140	2,24992	0,054574	-0,00736	0,597465	0,147527	-0,003678	0,298732
<b>(2) Temp de repos (min)(L)</b>	<b>0,72551</b>	<b>0,167360</b>	<b>4,33503</b>	<b>0,002495</b>	<b>0,33958</b>	<b>1,111444</b>	<b>0,362755</b>	<b>0,169789</b>	<b>0,555722</b>
<b>Temp de repos (min)(Q)</b>	-0,20181	0,133259	-1,51439	0,168388	-0,50910	0,105489	-0,100903	-0,254551	0,052745
<b>(3) Temp de centrifugation (heure)(L)</b>	<b>0,51737</b>	<b>0,195460</b>	<b>2,64694</b>	<b>0,029395</b>	<b>0,06664</b>	<b>0,968105</b>	<b>0,258686</b>	<b>0,033320</b>	<b>0,484052</b>
<b>Temp de centrifugation (heure)(Q)</b>	0,22005	0,131140	1,67801	0,131864	-0,08236	0,522465	0,110027	-0,041178	0,261232

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

$$y = 7.19 - 0.70R + 0.36Tr + 0.26Tc$$

Où :

**Y** : Capacité de rétention d'eau

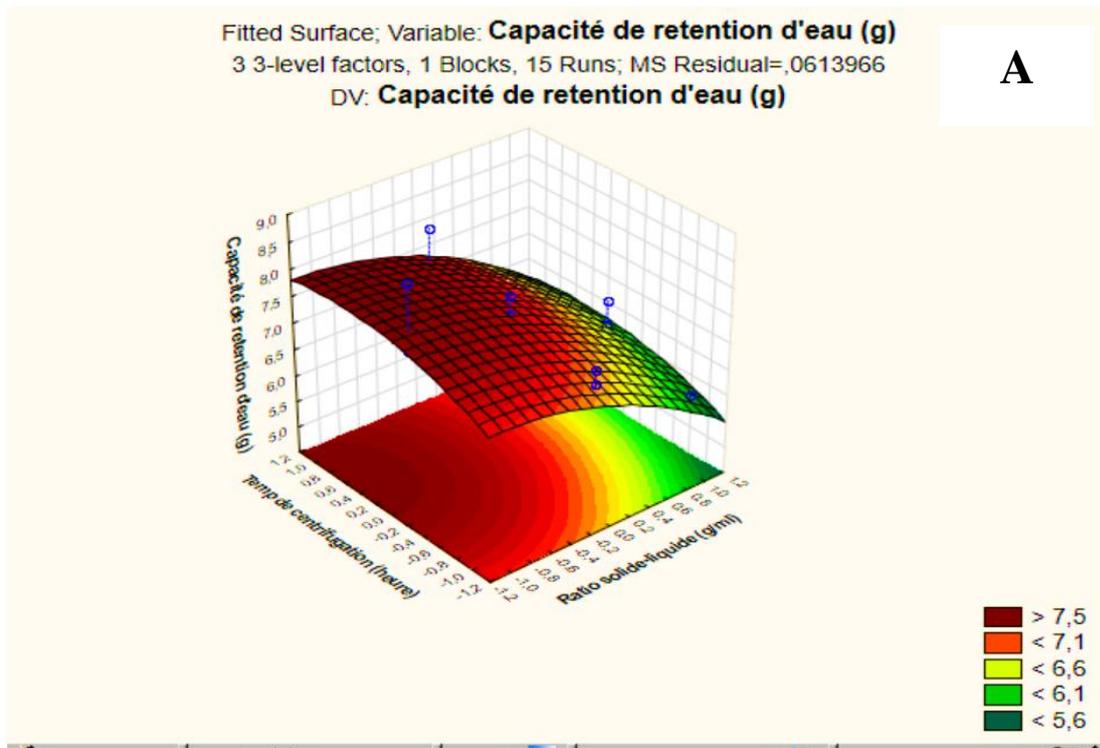
**R** : Ratio solide-liquide

**Tr** : Temps de repos

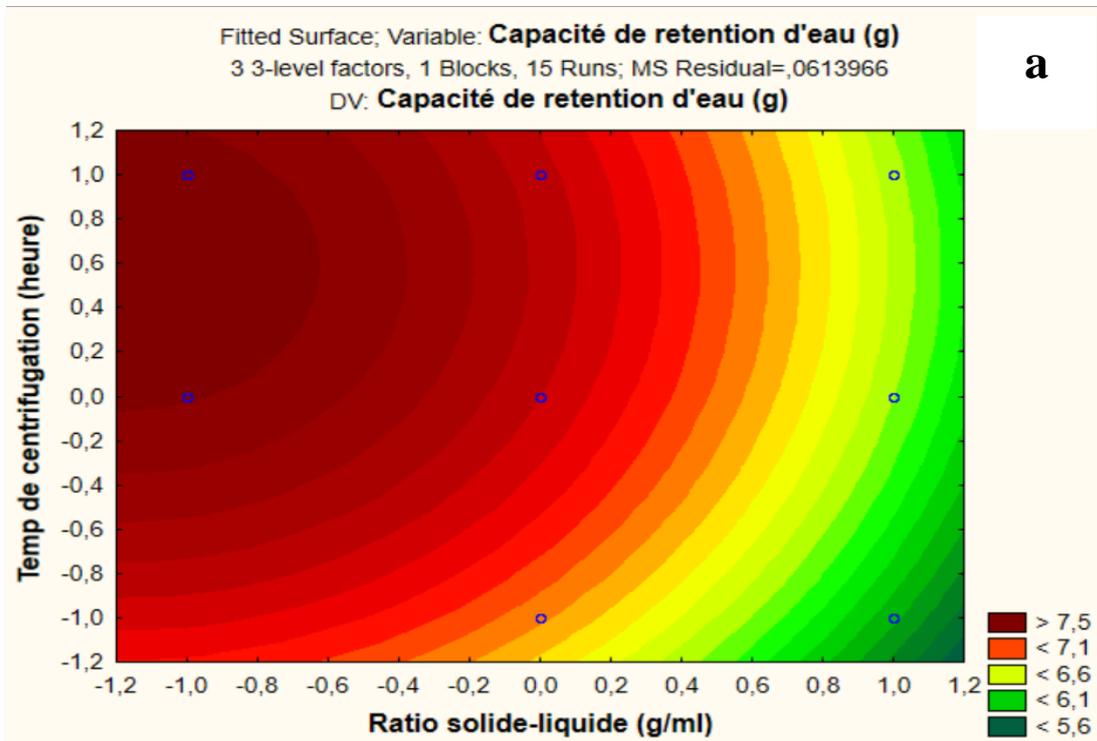
**Tc** : Temps de centrifugation

#### **D. Diagrammes des surfaces de réponse**

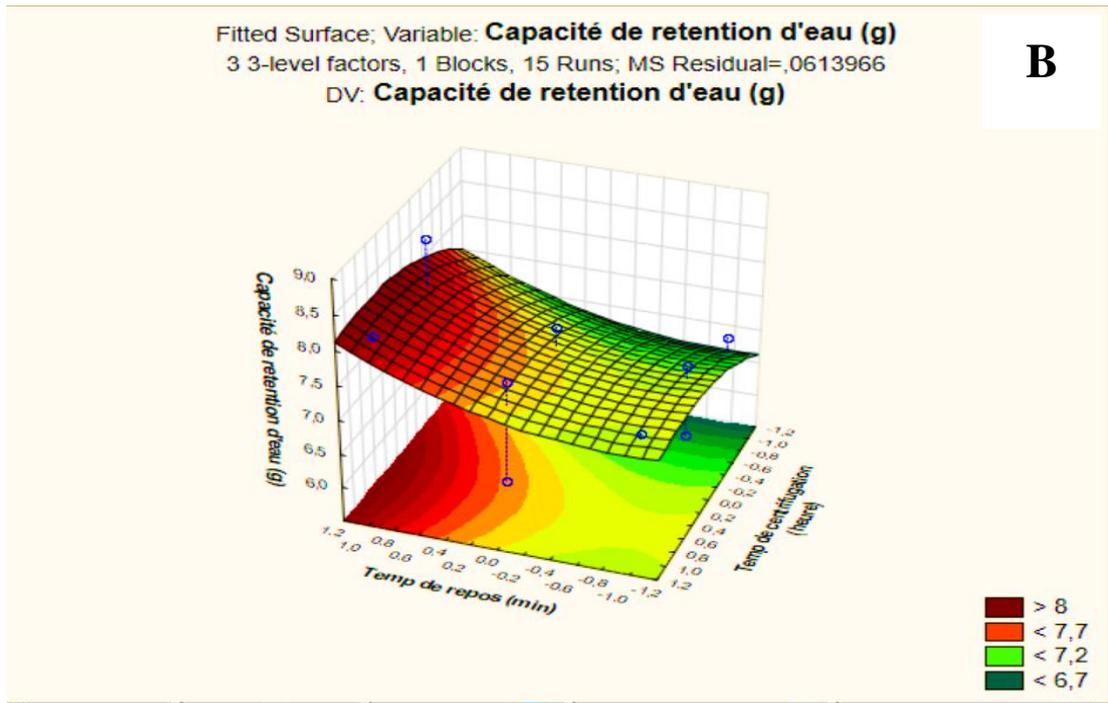
Les graphiques des surfaces des modèles quadratiques et des effets sont présentés sur le (Tableau n°12), les diagrammes permettent de mettre en relief les effets linéaires quadratiques et interactifs sur chaque variable dépendante.



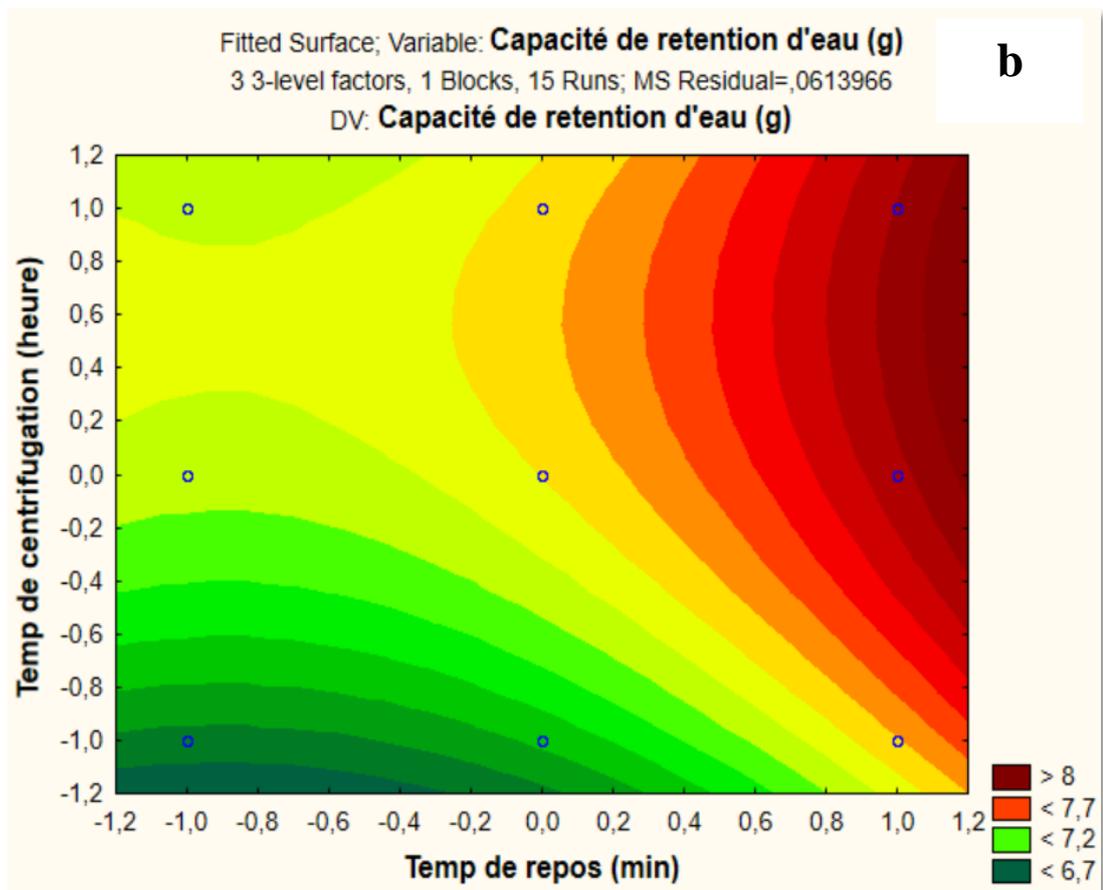
**Figure 5 :** Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide



**Figure 6 :** Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide



**Figure7** : Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos



**Figure8** : Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos

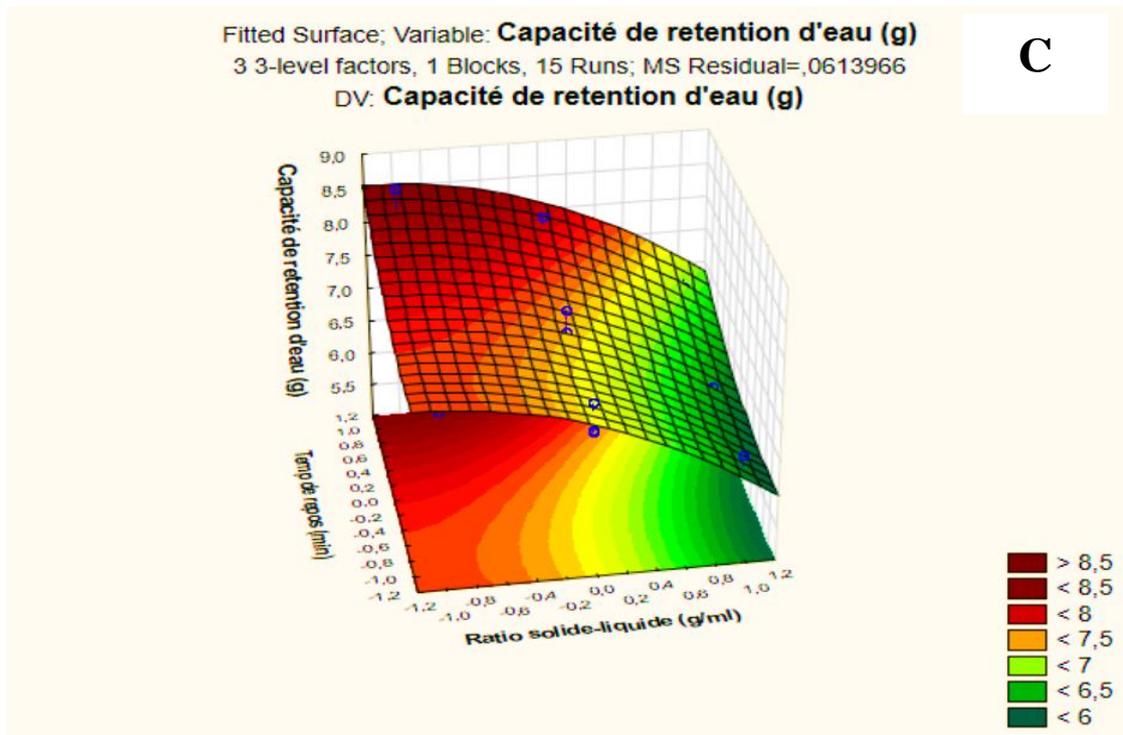


Figure9 :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de repos

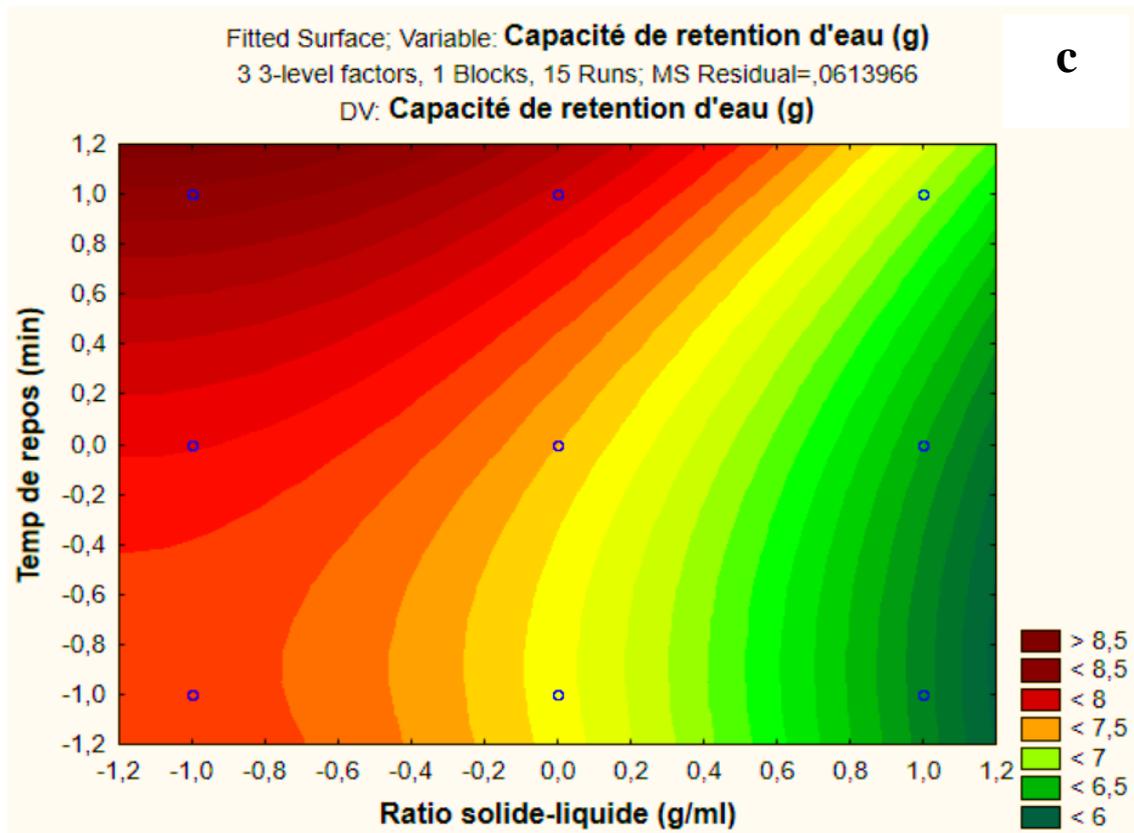


Figure10 :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille en fonction de temps de ratio solide- liquide et le temps de repos

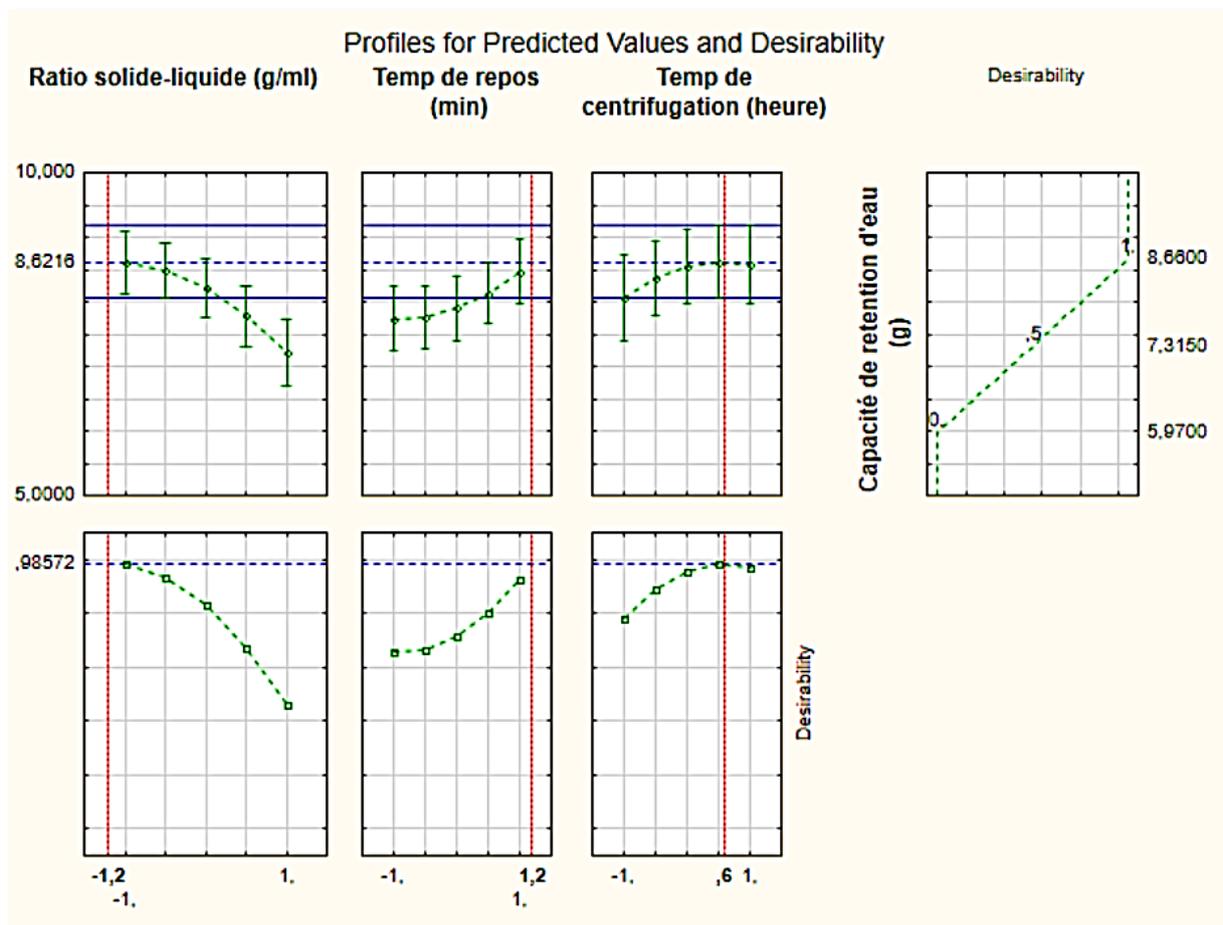
### Analyse des surfaces de réponse

Les résultats présentés dans les figures (A, a) illustrent l'effet quadratique du ratio solide-liquide ainsi que celui de temps de centrifugation. Et les valeurs optimales se trouvent au niveau de -1,2 pour le ratio solide liquide et 0,6 pour le temps de centrifugation.

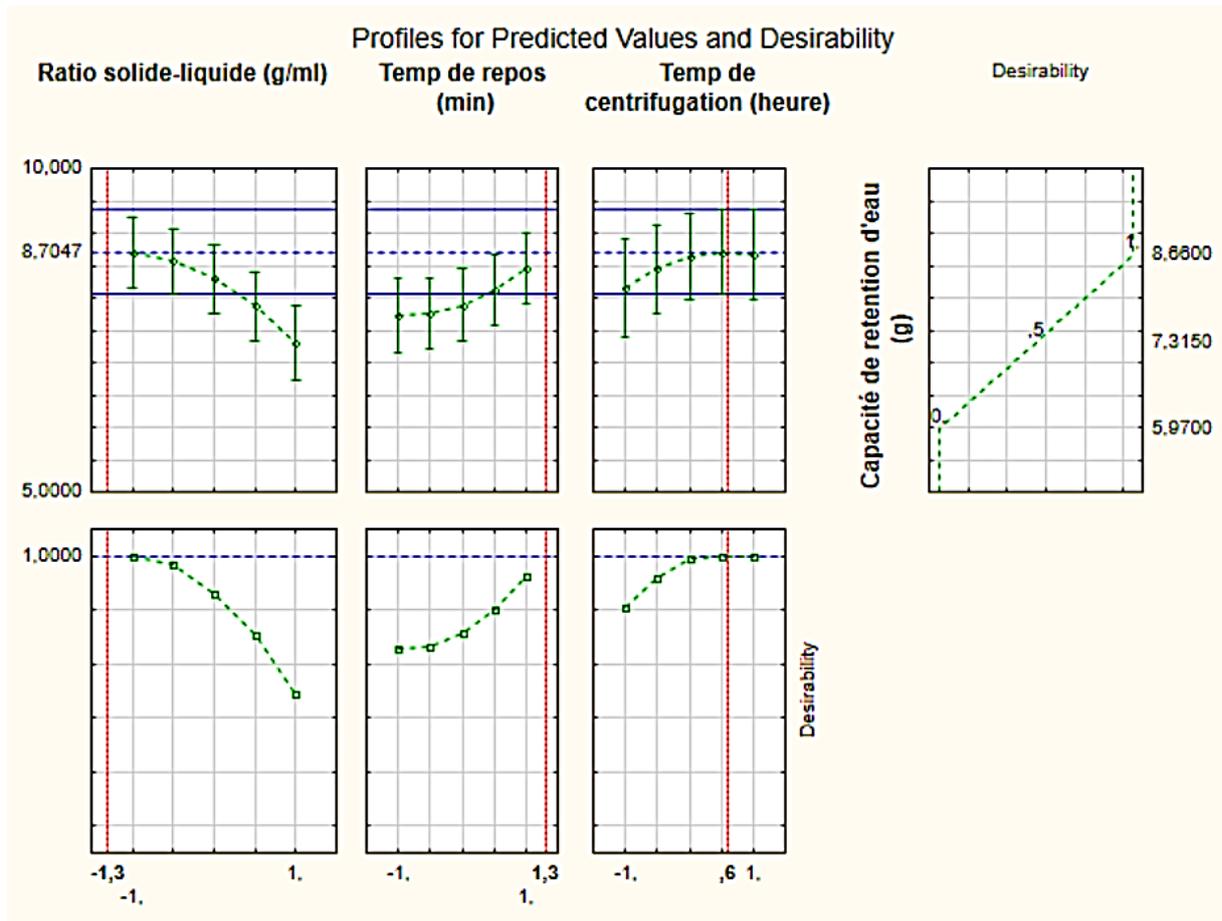
Les figures (B, b), montre que les variables du temps de repos sont significatives en quadratique, tandis que les variables du temps de centrifugation sont significatives en linéaire, et la valeur optimale du temps de repos est de -1,2 et 0,6 pour le temps de centrifugation.

Les figures (C, c) montrent l'effet linéaire du ratio solide-liquide et l'effet quadratique du temps de repos, les valeurs optimales de ces paramètres se situent autour de 1,2.

### E. Profil de désirabilité



**Figure 11:** Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'eau en fonction de ratio solide-liquide (-1,2), temps de repos (1,2) et le temps de centrifugation (0,6)



**Figure12** :Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'eau en fonction de ratio solide-liquide (-1.3), temps de repos (1.3) et le temps de centrifugation (0.6)

L'intérêt de cette étude est de déterminer la meilleure combinaison des facteurs influençant la capacité de rétention d'eau.

La méthode de désirabilité a été utilisée pour optimiser les facteurs pour augmenter la capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille.

Les figures ci-dessous montrent qu'une augmentation de temps de repos et diminution de ratio solide liquide donnant une augmentation de capacité de rétention d'eau de la poudre de citrouille. La figure 11 montre que lorsque la valeur de ratio solide liquide est fixée à -1.2 et le temps de repos à 1.2 la capacité de rétention d'eau atteint 8,68g.

Et la diminution de ratio solide liquide à -1.3 et l'augmentation de temps de repos à 1.3 qui permet atteindre jusqu'à 8.70 de capacité de rétention d'eau comme il est montré dans la figure 12.

### III.2. Optimisation des paramètres influençant la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille

Dans le but d'optimiser les paramètres influençant la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille, nous avons appliqué la Méthodologie de Surface de Réponse (MSR).

Le logiciel Statistica 12 a été utilisé pour la conception d'un plan de 15 expériences, type Box-Behnken, nous permettant de déterminer la combinaison optimale entre les trois paramètres (Ratio solide-liquide, Temps de repos et le Temps de centrifugation).

Les combinaisons des niveaux des variables indépendantes proposées par ce plan expérimental ont permis de calculer les différentes réponses de la capacité de rétention d'huile, comme illustré dans le tableau ci-dessus :

**Tableau 13:** Capacité de rétention d'huile en fonction des différentes combinaisons

Expériences	Ratio solide-liquide (g/ml)	Temp de repos (min)	Temp de centrifugation (heure)	CRH (ml)
1	0	0	0	2,36
2	0	0	0	2,36
3	1	0	1	3,21
4	1	0	-1	2,26
5	-1	-1	0	<b>1,43</b>
6	-1	1	0	1,8
7	1	1	0	2,39
8	0	-1	-1	1,93
9	0	0	0	2,36
10	-1	0	1	3,16
11	1	-1	0	1,97
12	0	1	1	<b>4,31</b>
13	0	-1	0	1,72
14	0	1	-1	2,02
15	0	-1	1	2,31

La capacité de rétention d'huile (CRH) est une propriété cruciale dans la conservation des aliments, car elle empêche le développement du rancissement oxydatif (Siddiq et al., 2010). De plus, la CRH donne une indication sur la capacité de la farine à retenir les composés aromatiques et à préserver les saveurs (Yapi et al., 2021). Cette propriété fonctionnelle joue un rôle majeur dans la palatabilité des aliments, en contribuant à la rétention des saveurs ainsi qu'à la sensation en bouche (El Nasri et El Tinay, 2007).

La capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille a été mesurée, avec une valeur maximale de 4,31 g d'huile par gramme de poudre et une valeur minimale de 1,43 g d'huile par gramme de poudre comme il est montré dans le (**Tableau n°13**)

Ces résultats montrent que la poudre de citrouille possède une capacité de rétention d'huile supérieure à celle de diverses autres fibres alimentaires, telles que les fibres de citron, de pamplemousse, de grenade, de souchet et d'albedo de citron, comme l'a rapporté (**López-Marcos et al., 2015**).

Et aussi à celle de la Poudre de marc de pomme, poudre de marc de betterave et poudre de marc de carotte selon (**Sahni, P., et Shere, D. M. 2017**).

### III.2.1. Interprétation des résultats par la méthodologie de surface de réponse

Les résultats des différentes expériences sont interprétés par la méthodologie de surface réponse. Une analyse de la variance a été effectuée afin de déterminer les effets significatifs des variables indépendantes du processus sur la réponse comme le montre le (**Tableau n°14**)

Le modèle est statistiquement significatif comme l'indique dans le (**Tableau n°14**) une valeur de F élevée et une valeur de p inférieure à 0,05.

**Tableau 14:** Analyse de la variance ANOVA pour le modèle quadratique de surface de réponse de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.

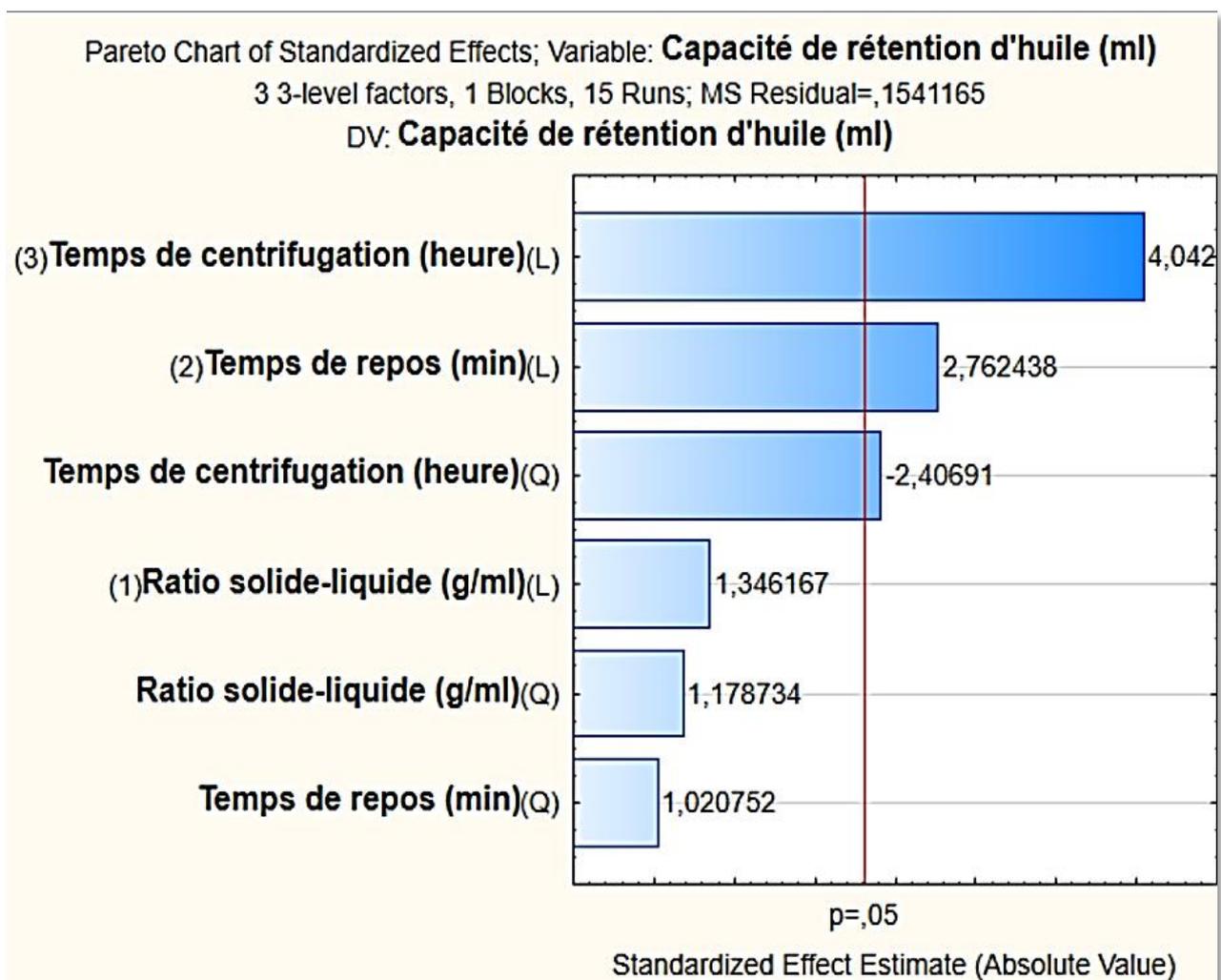
Facteurs	Somme des Carrés	Degré de liberté	Moyenne des Carrés	F	p
(1) Ratio solide-liquide (L)	0.279258	1	0.279285	1.81217	0.215147
Ratio solide-liquide (Q)	0.21432	1	0.2114132	1.38941	0.272372
(2) Temp de repos (L)	1.176073	1	1.176073	7.63106	0.024582
Temps de repos (Q)	0.160579	1	0.160579	1.04194	0.337245
(3) Temps de centrifugation (L)	2.518554	1	2.518554	16.34188	0.003723
Temps de centrifugation (Q)	0.892834	1	0.892834	5.79324	0.042713
Erreur	1.232932	8	0.154117		
Total somme des carrés	6.47455	14			

### A. Analyse de screening

Pour étudier les influences réelles des trois facteurs vis-à-vis des variations de la réponse nous avons effectué une analyse screening. L'étude selon le plan Box-Behnken permet d'examiner toutes les combinaisons possibles des facteurs considérés dans l'analyse, chaque facteur étant évalué à trois niveaux.

Le diagramme de pareto permet de fixer une limite de  $P=0.05$ , entre les facteurs influents et non influents.

Le diagramme de Pareto, présenté à la (**Figure n°13**), révèle que trois facteurs influencent la capacité de rétention d'huile. Le temps de centrifugation linéaire est le facteur le plus significatif, suivi par le temps de repos linéaire, tandis que le temps de centrifugation Quadratique est le moins significatif parmi ces trois facteurs. Les autres facteurs n'ont pas d'effet significatif sur la capacité de rétention d'huile.

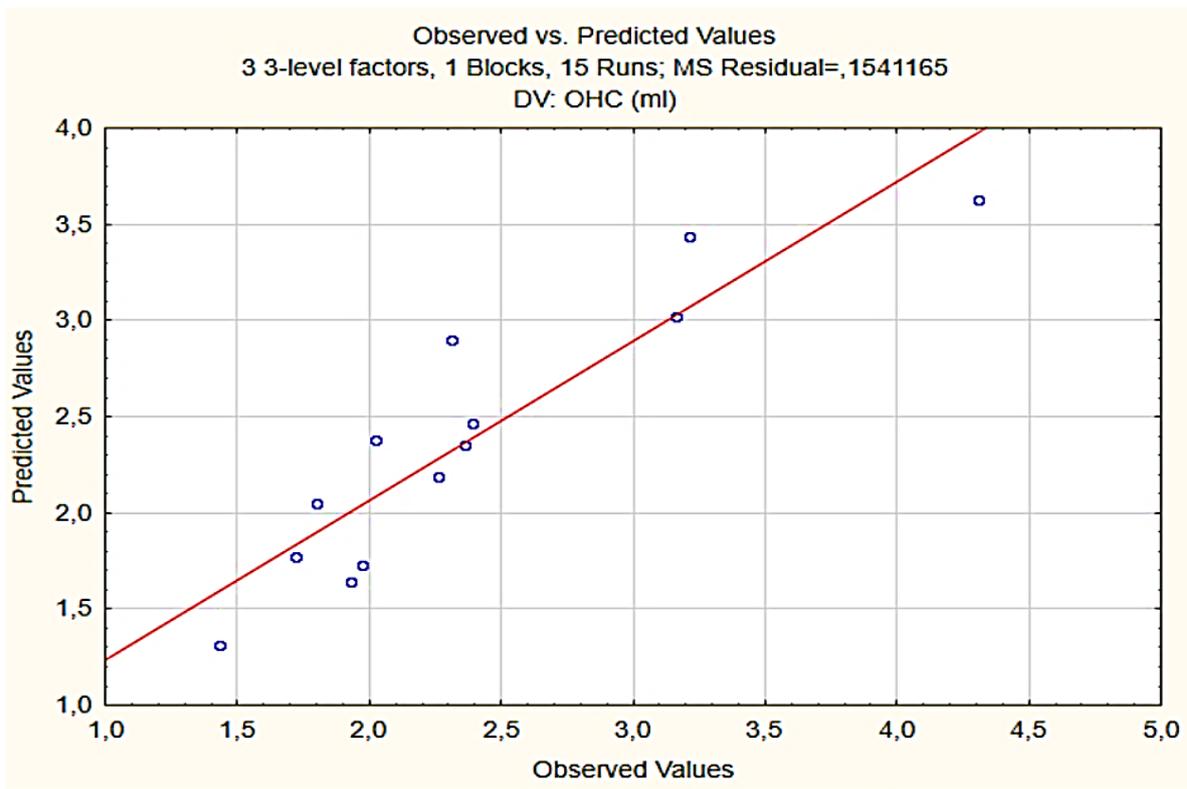


**Figure 13:** Diagramme de Pareto des effets pour la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.

### B. Courbe de régression

Le coefficient de détermination du modèle ( $R^2$ ) est de 0.83 attestant que le modèle est significatif.

L'écart entre les valeurs observées et prédites est insignifiant, comme illustré dans la (Figure n°14).



**Figure 14:** Valeurs observées et valeurs prévues de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille

### C. Modélisation statistique de la capacité de rétention d'huile

Les résultats de l'analyse de variance, présentés dans le (Tableau n°15), montrent que les effets linéaires du temps de repos et du temps de centrifugation sont significatifs, avec des valeurs de  $p$  inférieures à 0,05. En revanche, l'effet linéaire du ratio solide-liquide n'est pas significatif, la valeur de  $p$  étant supérieure à 0,05. De plus, le terme quadratique du temps de centrifugation est significatif, bien que la valeur de  $p$  soit inférieure à 0,05, contrairement aux autres termes quadratiques qui 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 capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille.

Facteur	Effet	-std.Err	t	p	coeff	-95,0%- Cnf.Lmt	+95,00%- Cnf.Lmt	- 95,00%- Cnf.Lmt	+95,00%- Cnf.Lmt
Intercept	2.378127	0.122215	19,45844	0.000000	2.378127	2.096297	2.659955	2.378127	2.659956
(1) Ratio solide-liquide (L)	0.41688	0.309679	1.34617	0.215147	0.208440	-0.297241	1.131000	0.208440	0.565500
Ratio solide-liquide (Q)	0.244909	0.207773	1.17873	0.272372	0.122454	-0.234216	0.724034	0.122454	0.362017
(2) Temps de repos (L)	0.732482	0.265158	2.76244	0.024582	0.266241	0.121027	1.343937	0.366241	0.671968
Temps de repos (Q)	0.215511	0.211130	1.02075	0.337245	0.107755	-0.271355	0.702377	0.107755	0.351188
(3) Temps de centrifugation (L)	1.251880	0.309679	4.04251	0.003723	0.625940	0.537759	1.966000	0.625940	0.983000
Temp de centrifugation (Q)	-0.50091	0.207773	-2.40691	0.042713	-0.250046	-0.979216	-0.020966	0.250045	-0.010483

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

$$y = 2.38 + 0.27Tr + 0.62Tc - 0.25Tc^2$$

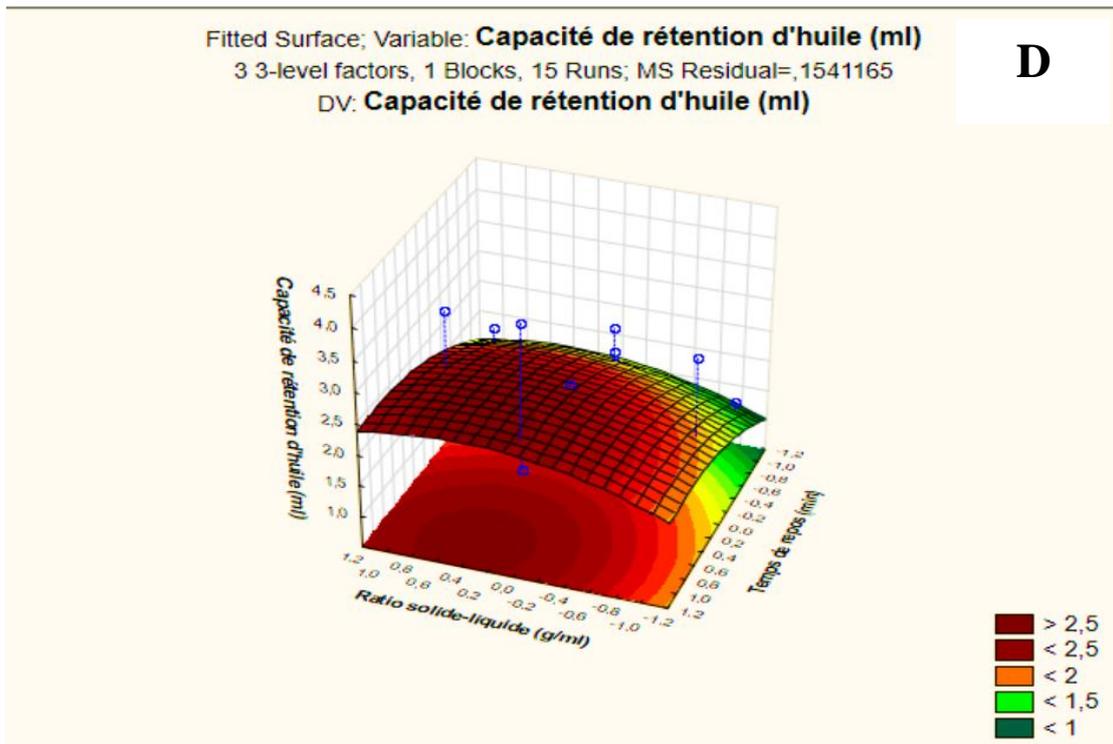
Où :

**Y** : Capacité de rétention d'huile

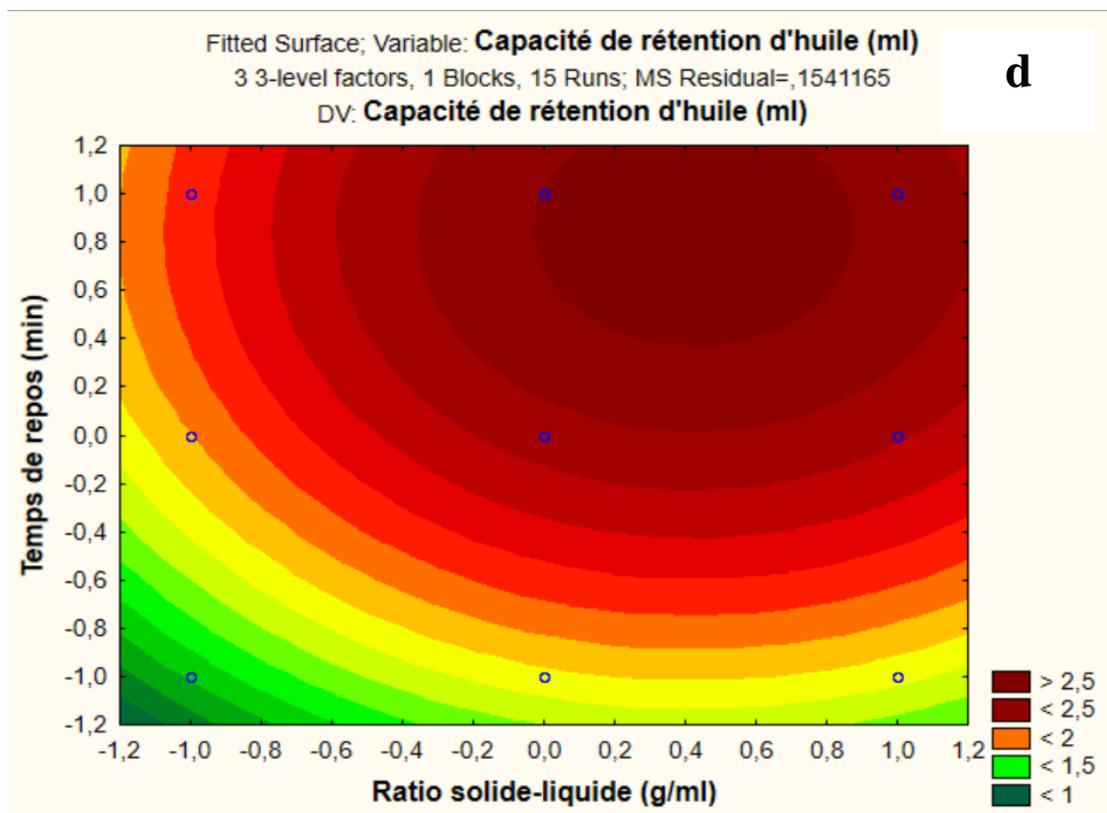
**Tr** : Temps de repos

**Tc** : Temps de centrifugation

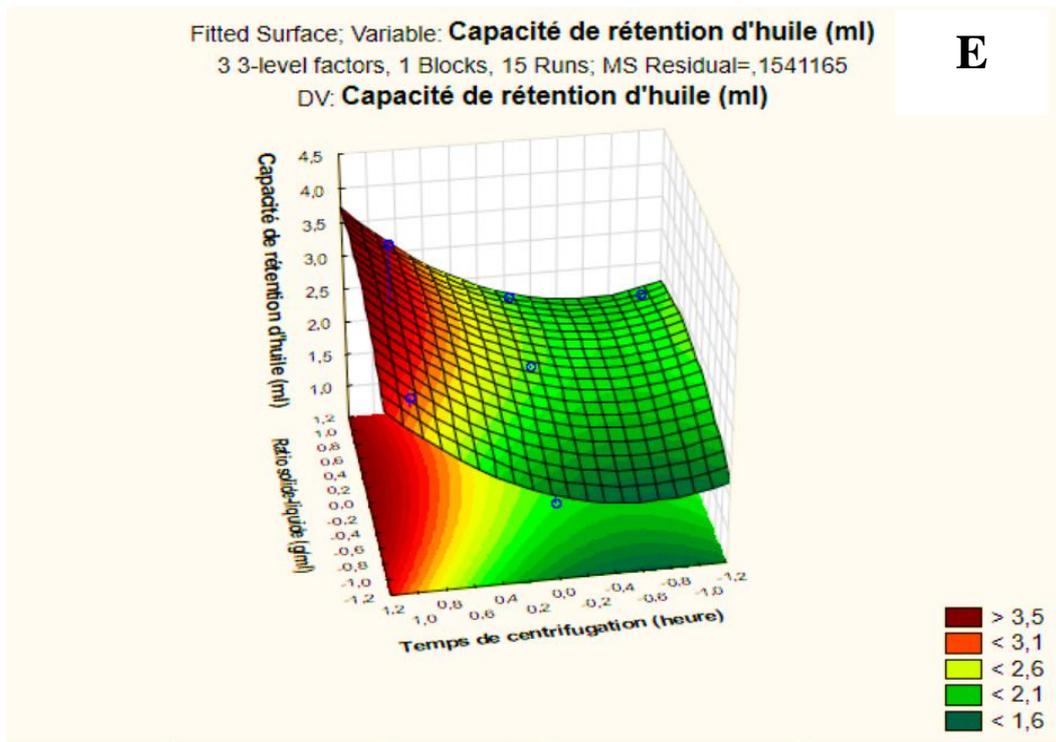
## D. Diagrammes de surfaces réponses



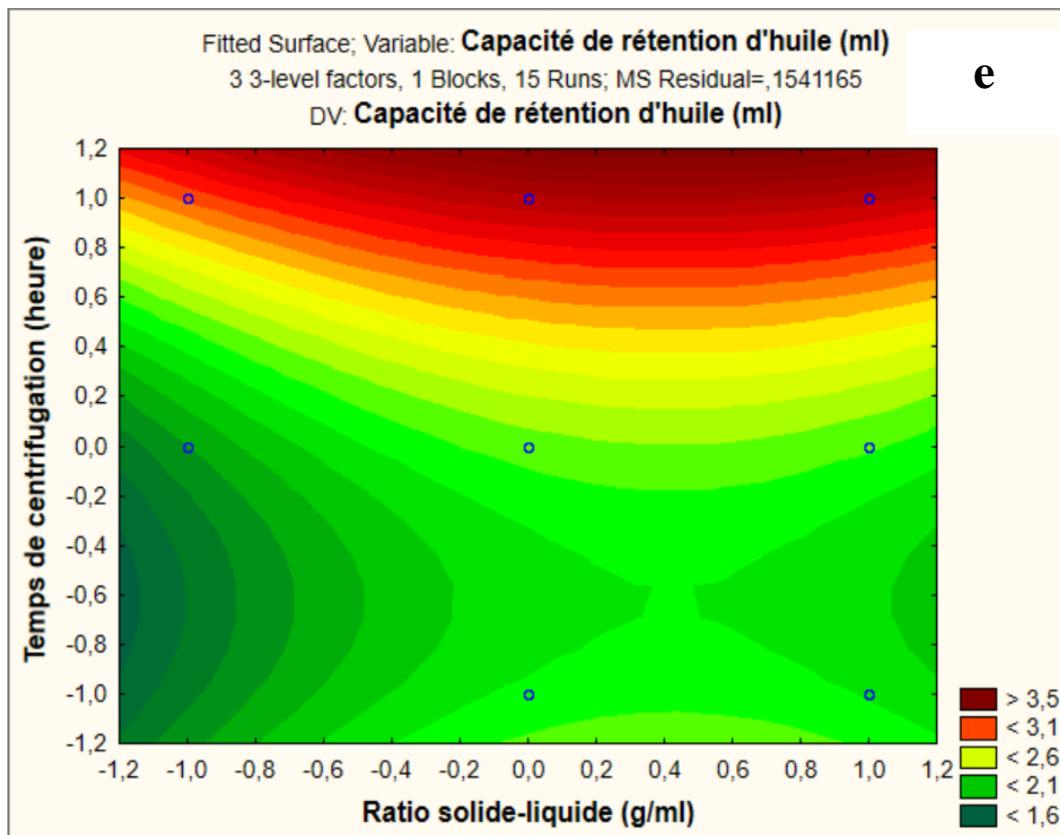
**Figure 16:** Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de repos



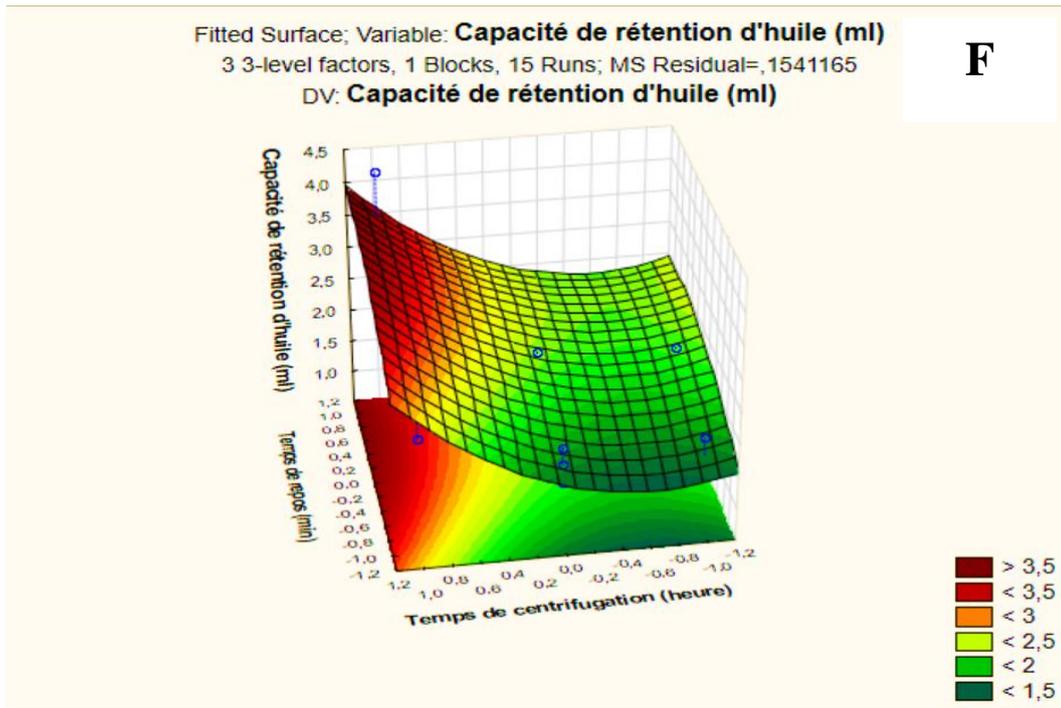
**Figure 15:** Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de repos et le ratio solide-liquide



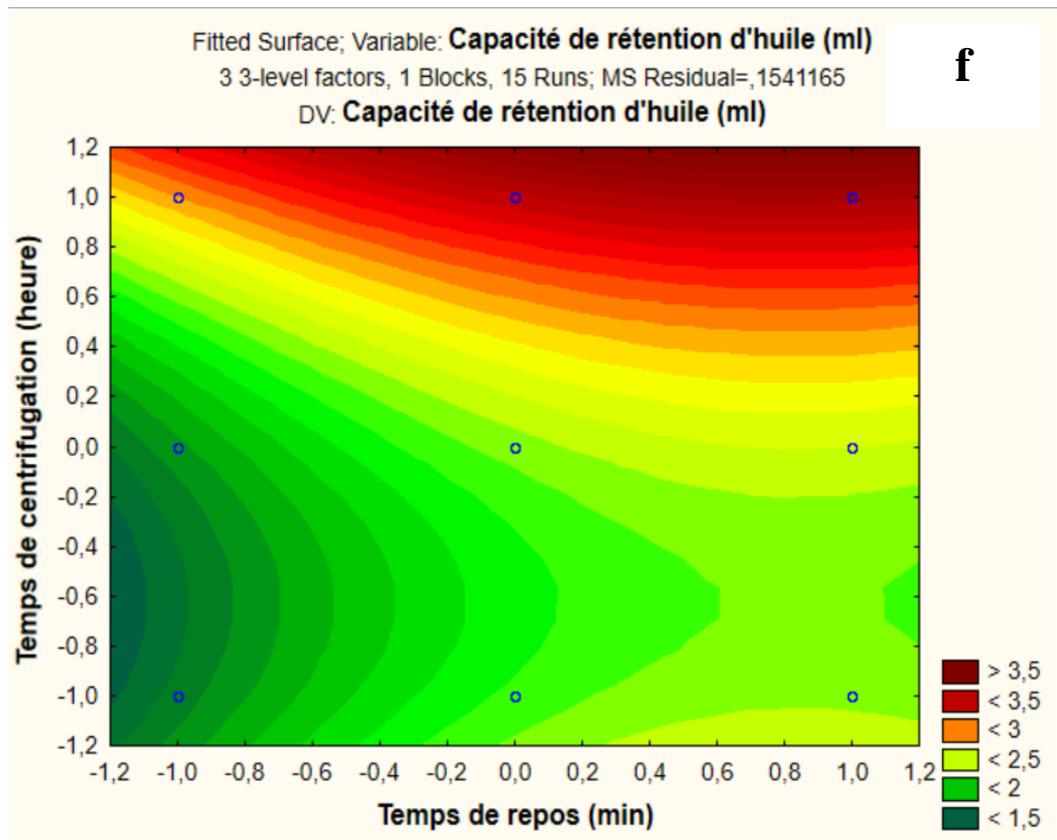
**Figure18** :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de ratio solide-liquide et le temps de centrifugation



**Figure17** :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le ratio solide-liquide



**Figure19** :Surfaces de réponse 3D de la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de repos et le temps de centrifugation



**Figure20** :Tracé de contour 2D De la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille en fonction de temps de centrifugation et le temps de repos

### Analyse des surfaces de réponse

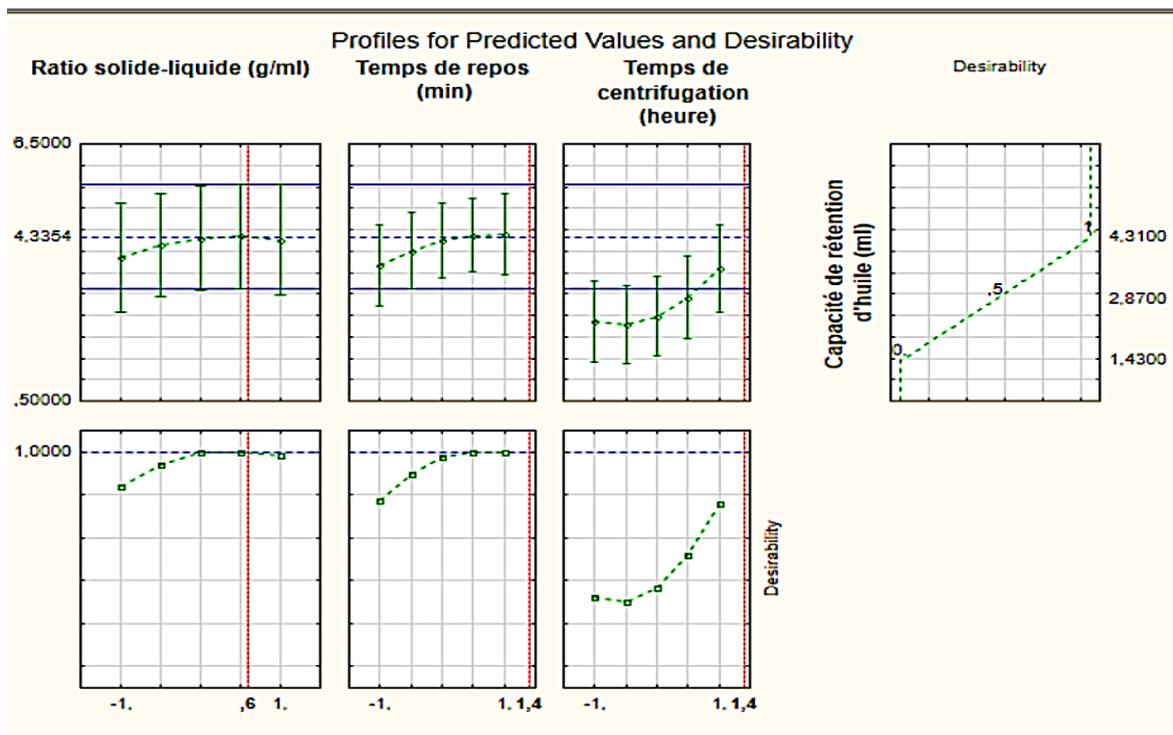
Les résultats présentés dans les figures (D, d) illustrent l'effet linéaire du temps de repos ainsi que celui du ratio solide-liquide. Donc l'augmentation de ces deux paramètres provoque l'augmentation de la réponse. Et les valeurs optimales se trouvent au niveau de 1,2 pour le temps de repos et 0.6 pour le ratio solide liquide.

Sur la Figure (E,e) , nous observons l'effet quadratique du temps de centrifugation et l'effet linéaire du ratio solide-liquide. Et la valeur optimale du temps de centrifugation est de 1.2 et 0.6 pour le ratio solide liquide

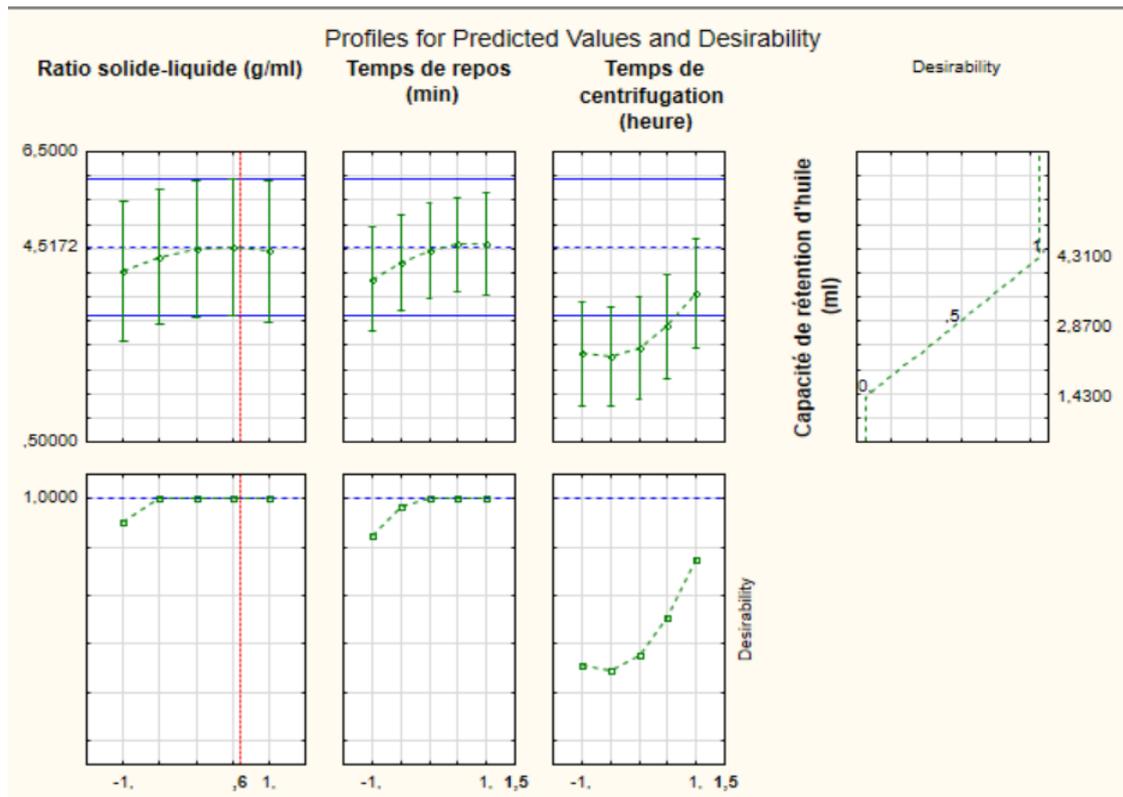
Les figures (F, f) montrent l'effet linéaire du temps de centrifugation et du temps de repos, dont l'augmentation provoque une augmentation de la capacité de rétention d'huile. Les valeurs optimales de ces paramètres se situent autour de 1,2.

Nous observons, donc, un effet quadratique et linéaire de la du temps de centrifugation, nous remarquons l'effet linéaire du temps de repos et ratio solide liquide dont l'augmentation provoque une augmentation de la capacité de rétention d'huile.

### E. Profil de désirabilité



**Figure 21:** Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'huile en fonction de ratio solide-liquide (0.6), temps de repos (1.4) et le temps de centrifugation (1.4)



**Figure 22 :** Profil de la fonction de désirabilité de la capacité de rétention d'huile en fonction de ratio solide-liquide (0.6), temps de repos (1.5) et le temps de centrifugation (1.5)

La méthode de désirabilité a été utilisée pour optimiser les facteurs donnant une capacité de rétention d'huile élevée.

Les figures (21) et (22) montrent que l'augmentation du temps de repos et du temps de centrifugation entraîne une augmentation de la capacité de rétention d'eau. La Figure 1 montre que lorsque les valeurs du temps de repos et du temps de centrifugation sont fixées à 1,4, la capacité de rétention d'huile atteint 4,35 ml/g. En augmentant ces valeurs à 1,5, la capacité de rétention d'huile augmente pour atteindre 4,51 ml/g. Ces observations indiquent clairement l'influence de ces paramètres sur la capacité de rétention d'huile, comme le confirment les résultats présentés dans la (Figure n°13) et le (Tableau n°14).

# CONCLUSION

---

## Conclusion

La citrouille a un fort potentiel pour une exploitation industrielle dans l'industrie alimentaire en raison de sa richesse en nutriments essentiels, et caractéristiques nutritionnelles et fonctionnelles. Ces faits conduisent à la transformation de la citrouille en divers produits alimentaires. Le séchage le principal processus de traitement de cette dernière pour la transformer en poudre pour réduire sa teneur en humidité afin de prolonger sa durée de conservation.

En effet ce travail représente une identification des caractéristiques physico chimiques et la qualité microbiologique de poudre de citrouille. De plus, a démontré que la méthodologie de surface de réponse était un bon outil pour déterminer ses conditions optimales des propriétés fonctionnelles.

Les résultats obtenus à travers les analyses physico chimiques de la poudre de citrouille ont montré que sont conformes par comparaison à deux produits similaires.

Les résultats microbiologiques ont révélé que la poudre de citrouille indique une bonne qualité hygiénique avec une absence totale des germes pathogènes.

L'optimisation de la capacité de rétention d'eau par la méthodologie de surface de réponse a montré que la poudre de citrouille peut absorber jusqu'à 8.66 g d'eau par gramme de poudre. Aussi, le profil de désirabilité a montré que cette capacité peut atteindre 8.70g. Pour la capacité de rétention d'huile, elle est de 4.31.ml par gramme de poudre et peut atteindre, par le profil de désirabilité, 4.51 ml /g de poudre. Ces deux résultats prouvent que la poudre de citrouille peut constituer un ingrédient dans l'industrie agroalimentaire pour améliorer la fraîcheur et la conservation et les caractéristiques organoleptiques des aliments.

### **En perspectives, nous proposons :**

Optimiser d'autres propriétés fonctionnelles de la poudre de citrouille : solubilité, capacité d'émulsification.

Déterminer la teneur en fibres de la poudre de citrouille.

Utiliser les valeurs de (1.4) et (1.5) pour le temps de centrifugation et le temps de repos comme des niveaux centraux pour étudier la capacité de rétention d'huile de la poudre de citrouille, et d'utiliser les valeurs de (1.3) pour le temps de repos et (-1.3) pour le ratio solide liquide comme des niveaux centraux pour étudier la capacité de rétention d'eau.

## CONCLUSION

---

Optimiser les paramètres influençant le séchage de la citrouille par la méthodologie de surface de réponse.

## **Références bibliographiques**

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

### Références bibliographiques

**Ahmed, N., Singh, J., Chauhan, H., Anjum, P. G. A., & Kour, H. (2013).** Different drying methods: their applications and recent advances. *International Journal of food nutrition and safety*, 4(1), 34-42.

**Aimi Fadzirul, K., Haris, A., Nurazira, S., Daud, M., Zurina, K., Nursilah, A., ... & Syadiyah, A. S. (2018).** The potential of pumpkin (*Cucurbita moschata* Duschene) as commercial crop in Malaysia. *Pertanika Journal of Scholarly Research Reviews*.

**Albitar, N. (2010).** Etude comparative des procédés de séchage couplés à la texturation par Détente Instantanée Contrôlée DIC, en termes de cinétique et de qualité nutritionnelle. Applications à la valorisation des déchets agro-industriels (Doctoral dissertation, Université de La Rochelle).

**Aljahani, A. H. (2022).** Wheat-yellow pumpkin composite flour: Physico-functional, rheological, antioxidant potential and quality properties of pan and flat bread. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 29(5), 3432-3439.

**Alibas, I. (2007).** Microwave, air and combined microwave–air-drying parameters of pumpkin slices. *LWT - Food Science and Technology* 40(8): 1445-1451.

**Anitha, S., Ramya, H., & Ashwini, A. (2020).** Effect of mixing pumpkin powder with wheat flour on physical, nutritional and sensory characteristics of cookies. *International Journal of Chemical Studies*, 8(4), 1030-1035.

**Ashwini, A. (2020).** Effect of mixing pumpkin powder with wheat flour on physical, nutritional and sensory characteristics of cookies. *International Journal of Chemical Studies*, 8(4), 1030-1035.

**Aware, R., Thorat, B.N. (2012).** Solar drying of fruits and vegetables. In: *Solar Drying: Fundamentals, Applications and Innovations*, (Eds.) C.L. Hii, S.V. Jangam, S.P. Ong, A.S. Mujumdar, ISBN - 978-981-07-3336-0. Singapore, 51-72.

**Aydin, E., & Gocmen, D. (2015).** The influences of drying method and metabisulfite pre-treatment on the color, functional properties and phenolic acids contents and bioaccessibility of pumpkin flour. *LWT-Food Science and Technology*, 60(1), 385-392.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Azizah, A., Wee, H., Azizah, K. C. O. and Azizah, M. (2009).** Effect of boiling and stir frying on total phenolics, carotenoids and radical scavenging activity of pumpkin (*Cucurbita moschata*). *International Food Research Journal*.16, 45–51.
- Basunia M.A. et Abe T. (2001).** Thin-layer solar drying characteristics of rough rice under natural convection. *Journal of Food Engineering* 47: 295–301.
- Belwal, T., Cravotto, C., Prieto, M. A., Venskutonis, P. R., Daglia, M., Devkota, H. P., ... & Cravotto, G. (2022).** Effects of different drying techniques on the quality and bioactive compounds of plant-based products: A critical review on current trends. *Drying Technology*, 40(8), 1539-1561.
- 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.
- Benseddik, A. (2018).** Amélioration de la qualité et de la performance du séchage solaire des produits agro-alimentaires par insertion d'un traitement de détente instantanée contrôlée (DIC), analyse expérimentale, modélisation empirique et phénoménologique (Doctoral dissertation, Université de Tlemcen-Abou Bekr Belkaid).
- Berkane N. (2019),** "Développement et caractérisation de nouveaux adsorbants pour l'élimination des polluants organiques en solution aqueuse," p. 141,
- Briki, S. (2021).** Effet des techniques de conservation sur la qualité de la grenade (Doctoral dissertation, UB1).
- BONAZZI, C., & Bimbenet, J.J. (2003).** Séchage des produits alimentaire principe. *Techniques de l'ingénieur. Opération unitaire du génie industriel alimentaire*. Base documentaire : TIB430DUO ( ref : article : f 3000).
- Boumhiriz. R. (2017),** Etude in vitro de l'efficacité de l'extrait hydro-éthanolique des feuilles matures de la courge *cucurbita pepo*, et de l'extrait hydrométhanolique des feuilles de la menthe *menthaspicata* sur les larves de *T. Absoluta*, Master de l'Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaghanem.
- Caili, F. U., Huan, S., & Quanhong, L. I. (2006).** A review on pharmacological activities and utilization technologies of pumpkin. *Plant foods for human nutrition*, 61(2), 70-77.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012).** Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine ‘Carabao’ var.) powder. *Journal of food engineering*, 111(1), 135-148.
- Chalal, N. (2008).** « Etude d’un séchoir solaire fonctionnant en mode direct et indirect ». Mémoire du diplôme de magister en génie climatique, Université Mentouri de Constantine.
- Charreau, A., & Cavallé, R. (1991).** Séchage : I. Théorie et calculs. Techniques de l’ingénieur. Génie des procédés, 2, J24080-1.
- Chua L.Y.W., Chong C.H., Chua B.L., et Figiel A., (2019).** Influence of Drying Methods on the Antibacterial, Antioxidant and Essential Oil Volatile Composition of Herbs: a Review.
- Ceclu, L., Mocanu, D. G., & Nistor, O. V. (2020).** Pumpkin–health benefits. *Journal of agroalimentary processes and technologies*, 26(3), 241-246.
- Chua, K. J., & Chou, S. K. (2003).** Low-cost drying methods for developing countries. *Trends in Food Science & Technology*, 14(12), 519-528.
- Citra, F., Aulia, G., Indiarito, R., Asyifaa, A. F., & Achmad, S. (2021).** Conventional And Advanced Food-Drying Technology: A Current Review Article. *International Journal of Scientific & Technology Research*, 10(1), 99-107.
- Colagar, A. H., & Souraki, O. A. (2012).** Review of pumpkin anticancer effects. *Quran Med*, 1(4), 77-88
- Davoudi, Z., Shahedi, M., & Kadivar, M. (2020).** Effects of pumpkin powder addition on the rheological, sensory, and quality attributes of Taftoon bread. *Cereal Chemistry*, 97(5), 904–911.
- Dhiman, A. K., Sharma, K. D., & Attri, S. (2009).** Functional constituents and processing of pumpkin: A review. *Journal of Food Science and Technology*, 46(5), 411.
- Dissanayake, R.H., Deraniyagala, S., Hettiarachchi, C. and Thiripuranathar, G. (2018).** The study of antioxidant and antibacterial properties of skin, seeds and leaves of the Sri Lankan variety of pumpkin. *International Organization of Scientific Research Journal of Pharmacy*. 8(2), 43-4
- Djouama Mohamed Hamza, D. A. E (2022).** Amélioration de la cinétique du séchage industriel de l’agro-alimentaire par ajout du NaCl.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Doymaz I. (2007).** The kinetics of forced convective air-drying of pumpkin slices. *Journal of Food Engineering*, 79, 243-248
- Du S-k, Jiang H, Yu X, Jane J-l. (2014).** Physicochemical and functional properties of whole legume flour. *LWT-Food Science and Technology* 55(1):308-313.
- Dziezak, (1988).** Microencapsulation and encapsulated ingredients. *Food Technology* 42, 136–148. Edited by Grumet, R., Katzir, N., Garcia-Mas, J., Springer International Publishing AG, 2017, pp. 1 – 12, DOI 10.1007/7397\_2016\_29.
- El Nasri, N. A., & El Tinay, A. H. (2007).** Functional properties of fenugreek (*Trigonella foenum graecum*) protein concentrate. *Food Chemistry*, 103(2), 582–589.
- Erbas M, Aykin E, Arslan S, Durak AN. (2016).** Adsorption behaviour of bulgur. *Food chemistry* 195:87-90.
- Fadil, M., Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T., & Rachiq, S. (2015).** Optimisation des paramètres influençant l'hydrodistillation de *Rosmarinus officinalis* L. par la méthodologie de surface de réponse Optimization of parameters influencing the hydrodistillation of *Rosmarinus officinalis* L. by response surface methodology. *J. Mater. Environ. Sci*, 6(8), 2346-2357.
- FAOSTAT (2022)**, <https://www.fao.org/statistics/fr>, consulté le 26/04/2024.
- Filková, I., & Mujumdar, A. S. (2020).** Industrial spray drying systems. In *Handbook of industrial drying* (pp. 263-307). CRC Press. *Food and Bioprocess Technology*, 12, 450-476.
- Jean-Jacques B, Catherine B. (2003).** Séchage des produits alimentaires Principes Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire, base Documentaire : TIB430DUO (ref. Article: f3000).
- Jin, H., Zhang, Y., Jiang, J., Zhu, L., Chen, P., Li, J. and Yao, H. (2013).** Studies on the extraction of pumpkin components and their biological effects on blood glucose of diabetic mice. *Journal of Food and Drug Analysis*. 21(2), 184-189.
- J.M. Dotto, J.S. (2020).** Chacha, The potential of pumpkin seeds as a functional food ingredient: a review, *Sci. African* 10 (Nov. 2020), e00575.
- Harguindeguy, M., Fissore, D., (2020).** Sur les effets des procédés de lyophilisation sur les Propriétés nutritionnelles des produits alimentaires : une revue. *Technologie de séchage*. 38 (7), 846-868. Haseley, P., Oetjen, G.-W., 2018. *Lyophilisation*. Troisième édition. Wiley-VCH.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Hawa, L. C., Ubaidillah, U., Mardiyani, S. A., Laily, A. N., Yosika, N. I. W., & Afifah, F. N. (2021).** Drying kinetics of cabya (*Piper retrofractum* Vahl) fruit as affected by hot water blanching under indirect forced convection solar dryer. *Solar Energy*, 214, 588–598.
- Hsu, C.L., Chen, W., Weng, Y.M., Tseng, C.Y., (2003).** Chemical composition, physical properties, and antioxidant activities of yam flours as affected by different drying methods. *Food Chemistry* 83, 85–92
- Houhou, H. (2012).** « Etude théorique et expérimentale du séchage solaire de certains produits agro-alimentaire ». Mémoire de Magister en génie mécanique, Université Mohamed Khider – Biskra
- (Hussain, A., Kausar, T., Sehar, S., Sarwar, A., Ashraf, A. H., Jamil, M. A., ... & Majeed, M. A. (2022).** A Comprehensive review of functional ingredients, especially bioactive compounds present in pumpkin peel, flesh and seeds, and their health benefits. *Food Chemistry Advances*, 1, 100067.)
- Ilkay et Aziz (2011).** Brix degree and sorbitol/xylitol level of anthntic pomegranate (*Punica gramatum*) juice. *Food Chemistry* 127: 1404-1407.
- Ghedira, K., & Goetz, P. (2013).** *Cucurbita pepo* L. (Cucurbitaceae) Graine de courge ou citrouille. *Phytothérapie*, 11(1), 46-51.
- Gliemmo M.F., Latorre M.E., Gerschenson L.N., Campos C.A. (2009).** Color stability of pumpkin (*Cucurbita moschata*, Duchesne ex Poiret) puree during storage at room temperature: Effect of pH, potassium sorbate, ascorbic acid and packaging material. *LWT - Food Sci. Technol.* 42: 196–201.
- Kha, T.C., Nguyen, M.H., Roach, P.D., (2010).** Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering* 98, 385–392.
- Krishnamurthy, K., Khurana, H. K., Jun, S., Irudayaraj, J. and Demirci, A. (2008).** Infrared heating in food processing: An overview. *Compr. Rev. Food Sci. F.* 7(1):2–13.
- Lepadatu, D. (2006).** Optimisation des procédés de mise en forme par approche couplée plans d'expériences, éléments finis et surface de réponse (Doctoral dissertation, Université d'Angers).
- Linder, R. (2005).** Les plans d'expériences : un outil indispensable à l'expérimentateur. Presses des Ponts.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- López-Marcos, M. C., Bailina, C., Viuda-Martos, M., Pérez-Alvarez, J. A., & Fernández-López, J. (2015).** Properties of dietary fibers from agroindustrial coproducts as source for fiber-enriched foods. *Food and Bioprocess Technology*, 8, 2400-2408.
- Marianne L. (2006).** Légumes anciens, saveurs nouvelles. Edition France Agricole. Paris. pp.
- Martorell, M., Sharopov, F., Martins, N., Namieśnik, J., Cho, W. C. (2019).** Cucurbita Plants: From Farm to Industry. *Applied Sciences*, 9(16):3387.
- McCreight, J.D., (2016).** Cultivation and Uses of Cucurbits, in book *Plant Genetics and Genomics: Crops and Models*, Volume 20 - Genetics and Genomics of Cucurbitaceae,
- M.C. Roman, M.P. Fabani, L.C. Luna, G.E. Feresin, G. Mazza, R. Rodriguez, (2020).** Convective drying of yellow discarded onion (Angaco INTA): modelling of moisture loss kinetics and effect on phenolic compounds, *Inf. Process. Agric.* 7 (2) 333–341.
- Menon A., Stojceska V., et Tassou S.A., (2020).** A systematic review on the recent advances of the energy efficiency improvements in non-conventional food drying technologies. *Trends in Food Science & Technology*, 100, 67-76.
- Mujumdar, A.S. Menon, S. (1995).** « Drying of solids: principles, classification, and selection of dryers ». *Handbook of industrial drying*, 1: p. 1-39.
- Nawirska, A., Figiel, A., Kucharska, A. Z., Sokół-Łętowska, A., & Biesiada, A. (2009).** Drying kinetics and quality parameters of pumpkin slices dehydrated using different methods. *Journal of Food Engineering*, 94(1), 14–20.
- N Hashim, O Daniel, E Rahaman (2014).** *Agriculture et sciences agricoles.*
- Nindo, C.I., Tang, J., (2007).** Refractance Window dehydration technology: a novel contact drying method. *Drying Technology* 25, 37–48.
- Nguyen, T. H. (2015).** Étude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux (Doctoral dissertation, Université de Bretagne Sud).
- Ozuna, C., & León-Galván, M. (2017).** Cucurbitaceae seed protein hydrolysates as a potential source of bioactive peptides with functional properties. *BioMed Research International*, 2017.
- Öztürk, T., & Turhan, S. (2020).** Physicochemical properties of pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seed kernel flour and its utilization in beef meatballs as a fat replacer and functional ingredient. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44(9), e14695.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Pan, Z., Khir, R., Godfrey, L. D., Lewis, R., Thompson, J. F. and Salim, A. (2008).** Feasibility of simultaneous rough rice drying and disinfestations by infrared radiation heating and rice milling quality. *J. Food Eng.* 84(3):469–479.
- Paris, H.S., Brown, R.N. (2005).** Genes of pumpkin and squash. *HortScience*, 40(6) :1620–1630.
- Paris, H.S., Tadmor, Y., Schaffer, A.A., (2017).** Cucurbitaceae Melons, Squash, Cucumber. Reference Module in Life Sciences. *Encyclopedia of Applied Plant Sciences (Second Edition)*, Volume 3, pp 209-217 2.
- Perré, P. (2004).** Le séchage des matériaux déformables : formulation, caractérisation physico-mécanique, modélisation et simulation. *Transactions TSTU*, 10(1A), 120-139.
- Rahman, M. S., & Perera, C. O. (2007).** Drying and food preservation. In *Handbook of food preservation* (pp. 421-450). CRC press.
- Rahman R, Juahir H, Islam M, Khandaker M, Arif T, Norsani W. Prophetic Vegetable Pumpkin, Its Impressive Health Benefits and Total Analysis. Bioscience Research. (2019);16(4):3987-3999. 5. Aruah CB, Uguru MI, Oyige BC. Nutritional Evaluation of Some Nigerian Pumpkins (Cucurbita pepo). Journal of Fruit, Vegetable, Cereal Science and Biotechnology. Special issue. 2011;64 –71.**
- Rakcejeva, T., Galoburda, R., Cude, L., & Strautniece, E. (2011).** Use of dried pumpkins in wheat bread production. *Procedia Food Science*, 1, 441-447.
- Rashmi, H. B., & Negi, P. S. (2020).** Phenolic acids from vegetables: A review on processing stability and health benefits. *Food Research International*, 136, 109298.
- Ratnam, N., Najjibullah, M., Ibrahim, M. D. (2017).** A review on Cucurbita pepo. *International Journal of Pharmacognosy and Phytochemical Research*, 9(9): 1190-1194.
- Ratnayake, R.M.S., Hurst, P.L., Melton, I.D., (2004).** Influence of cultivar, storage and cooking on the mechanical properties of winter squash (Cucurbita maxima). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 84 (5), 433–440 10.
- Ratti, C., (2001).** Hot air and freeze-drying of high-value foods – a review. *Journal of Food Engineering* 49, 311–319.
- Remache, L., & Belhamri, A. (2008).** Modélisation du séchage par convection. *Revue des Energies Renouvelables, CISM*, 8, 285-297.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Sacilik K., Keskin R. and Elicin A.K. (2006).** Mathematical modeling of solar tunnel drying of thin layer organic tomato. *Journal of Food Engineering* 73: 231–238.
- Sahni, P., et Shere, D. M. (2017).** Comparative evaluation of physico-chemical and functional properties of apple, carrot and beetroot pomace powders. *International Journal of Food and Fermentation Technology*, 7(2), 317-323.
- Sagar, V. R., & Suresh Kumar, P. (2010).** Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review. *Journal of food science and technology*, 47, 15-26.
- Santos Jr., L.C.O., Simão, V., de Almeida, J.S.O., de Sena Aquino, A.C.M., Carasek, E., Amante, E.R., Study of Heat Treatment in Processing of Pumpkin Puree (*Cucurbita moschata*). *Journal of Agricultural Science* (2017), 9, No. 10; ISSN 1916- 9752, E-ISSN 1916-9760; Published by Canadian Center of Science and Education 11.**
- Saravacos, G.D., Kostaropoulos, A.E., (2002).** Handbook of Food Processing Equipment. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Schaffer, A.A., Paris, H.S., (2016).** Melons, Squashes, and Gourds. Reference Module in Food Science,
- Shad MA, Nawaz H, Noor M, Ahmad HB, Hussain M, Choudhry MA. (2013).** Functional properties of maize flour and its blends with wheat flour: optimization of preparation conditions by response surface methodology. *Pak J Bot* 45(6):2027-2035. Anitha, S., Ramya, H., &
- Shajan, A. E., Dash, K. K., Bashir, O., & Shams, R. (2024).** Comprehensive comparative insights on physico-chemical characteristics, bioactive components, and therapeutic potential of pumpkin fruit. *Future Foods*, 100312.
- Siddiq M., Ravi R., Harte J.B. and Dolan K.D. (2010).** Physical and functional characteristics of selected dry bean (*Phaseolus vulgaricus* L.) flour. *LWT- J. Food Sci. And Technol.* 43: 232 – 237
- Sobukola, O. P., Dairo, O. U., Sanni, L. O., Odunewu, A. V., & Fafiolu, B. O. (2007).** Thin layer drying process of some leafy vegetables under open sun. *Food science and technology international*, 13(1), 35-40.
- Tabart, J., Kevers, C., Evers, D., & Dommes, J. (2011).** Ascorbic acid, phenolic acid, flavonoid, and carotenoid profiles of selected extracts from *Ribes nigrum*. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59(9), 4763-4770.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- 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*, Vol. 4 No. 1, pp. 205-212.
- TALBI Fouzia et Bechekour Rima. (2017)**. Etude et dimensionnement d'un système de chauffage solaire application au logement individuel type F3 à Bouira ; université de Bouira Mohand oulhadj ;
- Tan ES, Ying-Yuan N, Gan CY. (2014)**. A comparative study of physicochemical characteristics and functionalities of pinto bean protein isolate (PBPI) against the soybean protein isolate (SPI) after the extraction optimization. *Food chemistry* 152:447-455
- Toledo, R., (2007)**. Fundamentals of Food Process Engineering, 3rd ed. Aspen Publishers, Inc., Athens, GA, USA.
- Vasseur J. (2012)**. Séchage : principes et calcul d'appareils - Séchage convectif par air chaud (partie 1). *Techniques de l'Ingénieur*, p.1-19.
- Vishwanathan, K. H., Hebbar, H. U. and Raghavarao, K. S. M. S. (2010)**. Hot air assisted infrared drying of vegetables and its quality. *Food Sci. Technol. Res.* 16(5):381–388.
- Waghmare, RB, Perumal, AB, Moses, J., Anandharamakrishnan, C., (2021)**. 3.05- Développements récents dans le domaine de la lyophilisation des aliments. *Technologies innovantes de transformation des aliments*. Elsevier, Oxford, pp.
- Xavier, GA. (2003)**. Comparaison de deux techniques de séchage en granulation humide.
- X Mkhize , N Nkos , L Zondi, K Tumba (2023)** . *Journal of Agriculture and Food*.
- Yapi, J. C., Deffan, Z. A. B., Koko, A. C., Diabagate, J. R., Kouamekan, K. B., & Kouame, L. P. (2021)**. Influence de la granulométrie physicochimiques sur les caractéristiques et techno-fonctionnelles des farines de souchet (*Cyperus esculentus* L.). *Agronomie Africaine*, 33(2), 239-250.
- Yuliana M, Truong CT, Huynh LH, Ho QP, Ju Y-H. (2014)**. Isolation and characterization of protein isolated from defatted cashew nut shell: Influence of pH and NaCl on solubility and functional properties. *Food Science and Technology* 55(2):621-626.
- Zhang, M., Chen, H., Mujumdar, A. S., Tang, J., Miao, S., & Wang, Y. (2017)**. Recent developments in high-quality drying of vegetables, fruits, and aquatic products. *Critical reviews in food science and nutrition*, 57(6), 1239-1255

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

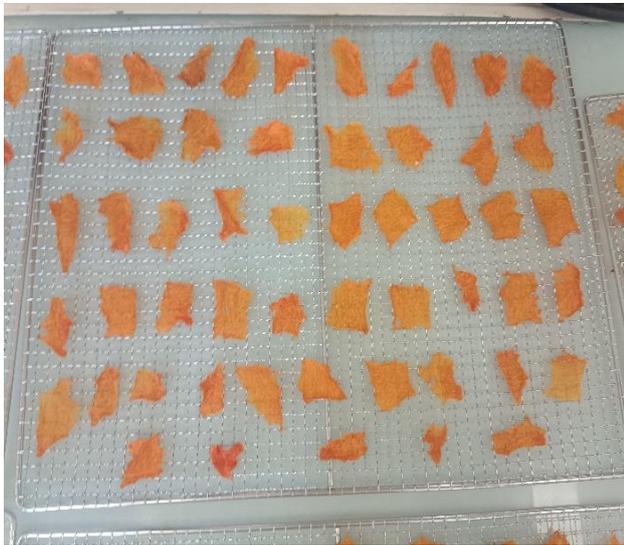
**Zhang, T. F., Yang, J. F., & Lin, D. K. (2011).** Small box–Behnken design. *Statistics & probability letters*, *81*(8), 1027-1033

## **Annexes**

## ANNEXES

---

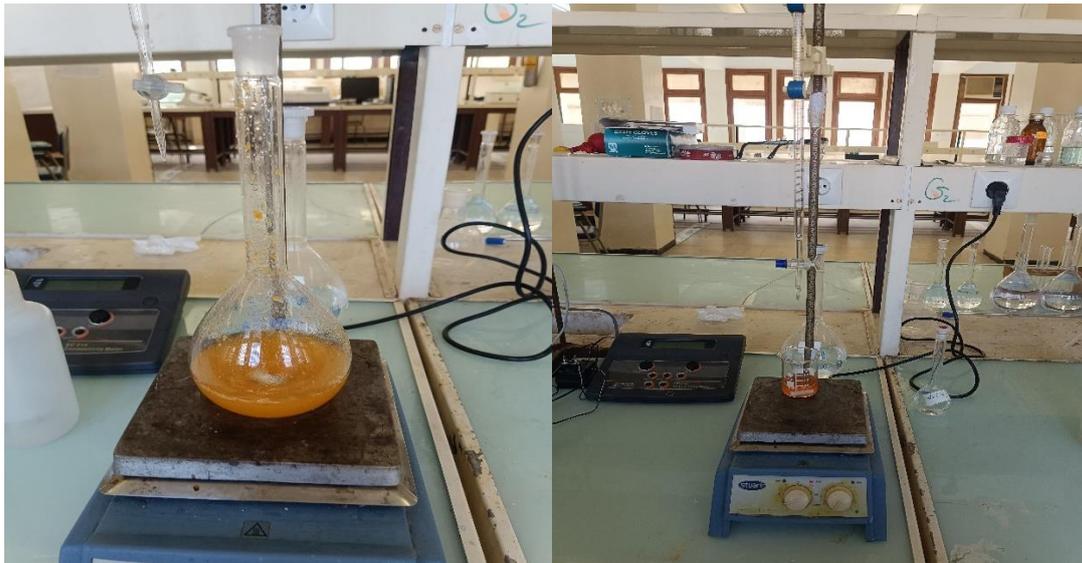
### Annexe 1 : Préparation de la poudre de citrouille par un séchage convectif



### Annexe 2 : Détermination de l'acidité titrable (Ilkay et Aziz,2011).

#### Mode opératoire

D'abords, il faut chauffer une quantité importante de l'eau distillée à 250°C pour dégager les gaz et l'azote. Après, On met 3 g de notre échantillon dans 50 ml de l'eau distillée, puis dans un bain Marie pendant 30 mn. On verse dans une fiole le mélange et on complète avec l'eau distillée jusqu'à 250 ml. Après 1h, un titrage est effectué avec 0.05 N de NaOH en ajoutant quelques gouttes de phénol phtaléine jusqu'à l'arrivé au point d'équivalence (virage de couleur). Trois essais ont été effectués pour chaque échantillon.



### **Annexe 3 : Détermination de la teneur en eau (JORA n° 08 – 2013).**

#### **Appareillage**

- Balance analytique
- Broyeur pouvant être réglé de manière à obtenir pour des particules des dimensions adéquates.
- Capsule métallique, non attaquable dans les conditions de l'essai (ou à défaut, capsule en verre thermorésistant, munie d'un couvercle suffisamment étanche et de surface utile permettant d'obtenir une répartition homogène et sans tassement de la prise d'essai
- Etuve isotherme, à chauffage électrique, réglée de façon que la température de l'air et des plateaux porte échantillons, au voisinage des prises d'essai, soit comprise entre 130°C et 133°C en régime normal.
- Thermomètre pour le contrôle de la température à l'intérieur de l'étuve.
- Dessiccateur à plaque métallique ou en porcelaine épaisse perforée contenant un agent déshydratant efficace.
- Pince métallique.

#### **Mode opératoire**

- **Préparation des capsules :** Avant utilisation, les capsules découvertes et leurs couvercles doivent sécher à l'étuve durant 15 min à 130°C, refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température du laboratoire (entre 30 min et 45 min).

## ANNEXES

---

### • Préparation de l'échantillon pour essai

1- Produits ne nécessitant pas de broyage : Les produits qui n'ont pas de particules de dimensions supérieures à 1,7 mm, et dont moins de 10 % (m/m) sont supérieures à 1 mm et plus de 50 % (m/m) inférieures à 0,5 mm, n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

2- Produits nécessitant un broyage : Les produits ne correspondant pas aux caractéristiques granulométriques mentionnées en doivent être broyés. Pour cela, opérer comme suit : Régler le broyeur de manière à obtenir les caractéristiques granulométriques désirées puis broyer une petite quantité de l'échantillon pour laboratoire et la rejeter ; broyer ensuite, rapidement une quantité de l'échantillon de manière à avoir une prise d'essai d'environ 5 g.

• **Déshydratation** : Introduire la capsule découverte contenant la prise d'essai et son couvercle dans l'étuve et les y laisser séjourner pendant 2 heures (90 min dans le cas des farines), temps compté à partir du moment où la température de l'étuve est à nouveau comprise entre 130°C et 133°C.

Le temps d'étuvage écoulé, retirer rapidement la capsule de l'étuve et la placer dans le dessiccateur où elle restera jusqu'à atteindre la température du laboratoire (en général entre 30 et 45 min).



## ANNEXES

---

### **Annexe 4 : Méthode de dosage du taux de cendres par incinération (NA. 2171.2007).**

**A. Réactifs :** Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

- Acide chlorhydrique, solution aqueuse, mélange à part égale d'HCl (fraction volumique 35 %) et d'eau.
- Pentoxyde de diphosphore, purifié (P<sub>4</sub>O<sub>10</sub>).
- Éthanol.

### **B. Appareillage**

- Broyeur : facile à nettoyer et ayant un espace mort aussi réduit que possible et apte à assurer un broyage rapide et uniforme.
- Capsule à incinération : de capacité au moins égale à 20 ml, de forme rectangulaire ou circulaire, à fond plat et ayant une surface utile au moins égale à 12 cm<sup>2</sup>. Des matériaux appropriés inaltérables dans les conditions de température de l'essai sont les suivants : a. à 900 °C - platine ou rhodium ; b. à 550 °C - quartz ou silice ; Les capsules doivent être nettoyées par immersion complète pendant au moins 1 h dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique puis rincée à l'eau courante et ensuite à l'eau distillée.

Après rinçage, les nacelles en quartz ou en silice doivent être séchées dans une étuve pendant le temps nécessaire à l'élimination de l'eau.

- Four à moufle électrique, avec circulation d'air adéquate, comportant un système de réglage de la température et une enceinte réfractaire non susceptible de perdre des particules à la température d'incinération, et pouvant être réglé à  $(900 \pm 25)$  °C ou à  $(550 \pm 10)$  °C. o Dessiccateur à robinet, muni d'une plaque perforée en aluminium ou en porcelaine, et garni de pentoxyde de déphosphore comme déshydratant.
- Balance analytique, avec une précision de 0,01 mg.
- Diviseur à rifles ou conique.
- Etuve, pour le séchage des capsules à incinération.

## ANNEXES

---

### **C. Échantillonnage :**

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

### **D. Préparation de l'échantillon pour essai :**

Pour les graines ou les produits contenant des graines entières, homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur utilisé. Broyer l'échantillon ainsi obtenu. Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

### **E. Mode opératoire**

1. Préparation des capsules à incinération : Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 900 °C, les porter préalablement nettoyées à la température d'incinération utilisée en les plaçant dans le four à moufle pendant 5 min, les laisser refroidir dans le dessiccateur puis les peser à 0,1 mg près. Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 550 °C, les nettoyer et les placer dans une étuve durant le temps nécessaire au séchage (par exemple 90 min à 130 °C). Immédiatement avant emploi, sortir les capsules de l'étuve et les laisser refroidir dans un dessiccateur puis les peser à 0,1 mg près.

2. Préparation de la prise d'essai : À partir de l'échantillon pour essai préparé et soigneusement homogénéisé, peser rapidement à 0,1 mg près une prise d'essai comprise entre 3,9 g et 4,1 g dans le cas d'une incinération à 900 °C et entre 4,9 g et 5,1 g dans le cas d'une incinération à 550 °C.

3. Pré-incinération : Placer la capsule et son contenu à l'entrée du four porté à la température d'incinération. A 900 °C, les produits s'enflamment spontanément. A 550 °C, Il est nécessaire d'ajouter de l'éthanol pour les enflammer. Pour une pré-incinération à 550 °C, il est permis d'introduire les nacelles dans le four froid et de laisser le four monter en température.

4. Incinération : Attendre que le produit ait fini de brûler puis introduire la capsule à l'intérieur du four. Fermer la porte du four. Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète du produit, y compris des particules charbonneuses contenues dans le résidu, soit 1 h après la remontée du four à 900 °C, et 4 h minimum à 550 °C.

Une fois l'incinération terminée, retirer la capsule du four, et la mettre à refroidir dans le dessiccateur. Pour maintenir l'efficacité du dessiccateur, ne pas superposer les capsules. Dès que la capsule a atteint la température ambiante (soit 15 min à 20 min pour les capsules en

## ANNEXES

---

platine et 60 min à 90 min minimum pour les capsules en quartz ou en silice), pesé à 0,1 mg près et rapidement en raison du caractère hygroscopique des cendres. Dans le cas de l'incinération à 550°C, des précautions particulières doivent être prises à l'entrée d'air et lors de l'ouverture du dessiccateur pour ne pas entraîner les résidus floconneux.



### **Annexe 5 : Dosage des protéines totale « NA 1185-1990, ISO1871 » (Kjeldahl)**

#### **Mode opératoire**

La 1ère étape est la digestion, pour cela il faut peser un mélange de  $\text{CuSO}_4$  (0.5g) et  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (10g) comme catalyseur. Par la suite, la minéralisation est conduite à ébullition douce en milieu acide sulfurique 98 % et en présence de catalyseurs. Pendant cette étape de digestion, l'azote protéique est transformé en azote ammoniacal par oxydation de la matière organique dans l'acide sulfurique concentré à haute température (350°C, 2 heures environ). L'acide sulfurique concentré a pour but d'oxyder la matière organique et de transformer l'azote protéique en ammoniac ( $\text{NH}_3$ ). La masse de l'échantillon est de 3g.

La 2ème étape est la distillation de l'ammoniac qui consiste, en un premier temps, à libérer l'ammoniac sous la forme du sel  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  par l'addition d'une solution concentrée de NaOH en excès et ensuite, à distiller l'ammoniaque à la vapeur d'eau. L'ammoniaque distillée par la vapeur d'eau est piégée dans une solution d'acide borique avec quelque goutte d'indicateur coloré (phénolphtaléine). Elle réagit ensuite avec l'acide borique pour former des sels borates d'ammonium. La 3ème étape à sa voir le titrage consiste à titrée directement l'ammoniaque sous la forme de borates d'ammonium à l'aide d'une solution standardisée 0.1 N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .



### **Annexe 6 : Dosage de lipide par extraction solide-liquide Soxhlet (NF ISO 11085)**

**A. Principe :** Le principe de l'extraction soxhlet peut être décrit comme un flux à base de solvant.

**B. Réactifs :** les lipides libres sont extraits par des solvants organiques apolaires (l'hexane, butanol saturé d'eau, hexane, éther de pétrole, chloroforme, ...).

**C. Préparation de l'échantillon pour essai :** Pour les graines ou les dérivés de céréales (biscuits, ...), homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur utilisé. Broyer l'échantillon ainsi obtenu. Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

#### **D. Mode opératoire**

1. Peser 10 g (P0) de l'échantillon en poudre (biscuit, farine, ...) et l'introduire dans une cartouche.

2. Peser le ballon vide (P1),

3. Mesurer 400 ml de solvant (hexane ou éther de pétrole) concentré par une éprouvette qu'on le met dans le ballon (la règle 1/10 : 1g d'échantillon avec 10 ml de solvant).

NB : Il faut que le ballon soit rempli  $\frac{3}{4}$  pour éviter la perte de l'échantillon par évaporation totale du solvant. 4. Placer le ballon et la cartouche dans le dispositif.

5. Allumer l'électricité pour chauffer (bouton au niveau 80 de la résistance) et le robinet d'eau.

6. Le solvant va macérer l'échantillon.

## ANNEXES

---

7. Après 3h, la matière grasse et le solvant vont se trouver dans le ballon.

8. A la fin on éteint le dispositif, on laisse refroidir jusqu'à ne plus avoir de gouttes de solvant de l'extracteur (risque de brûlures).

9. Passer le ballon à l'évaporateur rotatif ou rota vapeur composé de Creostat, appareil de distillation et une pompe.

- Creostat : diminue la température 7 °C ou 5 °C, Appareil de distillation pour séparer la matière grasse du solvant pur.

- La pompe pour baisser la température d'ébullition (quand on diminue la pression, la température diminue aussi).

L'évaporateur rotatif permet d'éliminer rapidement un solvant volatil par évaporation. Le principe est basé sur l'abaissement du point d'ébullition avec la pression.

10. Boucher le ballon et peser P2.



### **Annexe 7 : Démembrement des *Germe aérobie* à 30°C selon art.11.09.2019**

#### **Principe :**

Une quantité déterminée de l'échantillon pour essai liquide ou une quantité déterminée de suspension mère dans le cas d'autres produits, est déposée dans une boîte de Petri vide et

## ANNEXES

---

mélangée à un milieu de culture gélosé fondu spécifié, constituant ainsi une boîte de gélose ensemencée en profondeur. D'autres boîtes sont préparées dans les mêmes conditions, à partir de dilutions décimales de l'échantillon pour essai ou de la suspension mère. Les boîtes sont incubées dans les conditions aérobies à 30 °C pendant 72 h.

Le nombre de micro-organismes par gramme d'échantillon ou le nombre de micro-organismes par millilitre d'échantillon est calculé à partir du nombre de colonies obtenues sur les boîtes contenant moins de 300 colonies.

### **Préparation de milieu gélosé : gélose pour dénombrement (PCA) :**

- Dissoudre, dans de l'eau, les composants ou le milieu complet déshydraté, en chauffant si nécessaire ;
- Mélanger soigneusement et laisser reposer plusieurs minutes ;
- Ajuster le pH, si nécessaire, de sorte qu'après stérilisation, il soit de  $7 \pm 0,2$  à 25 °C ;
- Répartir le milieu dans des tubes, des fioles ou des flacons de capacité appropriée
- Stériliser pendant 15 min à l'autoclave à 121 °C ;
- Si le milieu est utilisé extemporanément, le refroidir dans un bain d'eau maintenu entre 44 °C et 47 °C, avant utilisation, sinon, stocker ce milieu dans l'obscurité pendant 3 mois au plus, à une température de  $5 \pm 3$  °C, et dans des conditions qui n'altèrent ni sa composition ni ses propriétés ;
- Avant de commencer l'examen microbiologique, faire fondre complètement le milieu, puis le refroidir entre 44 °C et 47 °C dans un bain d'eau avant utilisation ;
- Utiliser la gélose fondue dès que possible, il est recommandé de ne pas la conserver pendant plus de 4 h.

### **Mode opératoire :**

#### ➤ **Prise d'essai, suspension mère et dilutions :**

La suspension mère et les dilutions doivent être préparées conformément aux méthodes relatives à la préparation des échantillons pour essai, de la suspension mère et des dilutions décimales, en vue de l'examen microbiologique, fixées par la réglementation en vigueur.

#### ➤ **Ensemencement et incubation :**

- Prendre deux (2) boîtes de Petri stérile. Au moyen d'une pipette stérile, transférer dans chaque boîte, 1 ml d'échantillon pour essai si le produit est liquide, ou 1 ml de la suspension mère dans le cas d'autres produits (dilution à 10<sup>-1</sup>). Si des boîtes sont

## ANNEXES

---

préparées à partir de plus d'une dilution, le nombre de boîtes par dilution peut être réduit à une seule boîte.

- Prendre une autre boîte de Petri stérile. Utiliser une autre pipette stérile pour déposer 1 ml de la dilution à  $10^{-1}$  (produit liquide) ou 1 ml de la dilution à  $10^{-2}$  (autres produits).
- Répéter, si nécessaire, le mode opératoire décrit ci-dessus avec les dilutions qui suivent, à l'aide d'une nouvelle pipette stérile pour chaque dilution décimale.
- Sélectionner uniquement les dilutions critiques (au moins deux dilutions décimales successives) afin d'ensemencer des boîtes de Petri sur lesquelles pourront être dénombrées entre 10 et 300 colonies par boîte.
- Verser dans chaque boîte de Petri, environ 12 ml à 15 ml de gélose pour dénombrement à une température comprise entre 44 °C et 47 °C. La durée entre la fin de la préparation de la suspension mère (ou de la dilution à  $10^{-1}$  dans le cas d'un produit liquide) et le moment où le milieu est versé dans les boîtes ne doit pas dépasser 45 min.
- Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu de culture en faisant tourner les boîtes de Petri et laisser le mélange se solidifier en posant les boîtes de Petri sur une surface horizontale et froide
- Après solidification complète, verser environ 4 ml du milieu pour seconde couche ou de la gélose pour dénombrement à une température comprise entre 44 °C et 47 °C en surface du milieuensemencé et ce, uniquement dans le cas où le produit à examiner est suspecté de contenir des micro-organismes, dont les colonies envahissent la surface du milieu. Laisser se solidifier.
- Retourner les boîtes ainsi préparées et les placer dans l'étuve réglée à  $(30 \pm 1)$  °C. Incuber pendant  $(72 \pm 3)$  h

### ➤ **Dénombrement des colonies :**

- Après la période d'incubation, choisir les boîtes gélosées comportant moins de 300 colonies. Compter toutes les colonies sur les boîtes, à l'aide d'un appareil de comptage si nécessaire.
- Examiner les boîtes sous une lumière diffuse. Il est important d'inclure dans le comptage les colonies de la taille d'une tête d'épingle, toutefois, il est indispensable que le manipulateur évite de confondre les particules non dissoutes ou les matières présentes sous forme de précipité avec ces colonies en tête d'épingle. Examiner avec attention les éléments douteux, en utilisant un grossissement plus fort, si nécessaire, afin de distinguer les colonies des particules étrangères.

## ANNEXES

- Les colonies envahissantes doivent être considérées comme une seule colonie. Si moins d'un quart de la boîte est envahi par de telles colonies, compter les colonies de la partie non envahie de la boîte et calculer le nombre de colonies correspondant à la boîte entière. Si plus d'un quart de la boîte est recouvert de colonies envahissantes, ne pas tenir compte de cette boîte pour le comptage.

### Méthode de calcul :

Pour qu'un résultat soit valable, on estime en général qu'il est nécessaire de compter les colonies sûres, au moins, une boîte contenant, au moins, 10 colonies. Calculer le nombre N de micro-organismes présents dans l'échantillon pour essai, en tant que moyenne pondérée à partir de deux dilutions successives, à l'aide de l'équation suivante :

$$N = \frac{\sum C}{V \times 1,1 \times d}$$

Où :

$\sum C$  : la somme des colonies comptées sur les deux (2) boîtes retenues de deux dilutions successives et dont, au moins, une boîte contenant, au moins, 10 colonies ;

V : le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitre ;

d : la dilution correspondant à la première dilution retenue [d=1 pour un produit liquide non dilué (échantillon pour essai)].



### **Annexe 8 : Démembrement des *Escherichia Coli* selon (Art. 13.06.2017)**

#### **Principe :**

##### ➤ **Méthode de détection :**

- Inoculer un milieu d'enrichissement sélectif liquide avec une quantité déterminée de la suspension initiale de l'échantillon pour essai.
- Incuber le tube à 37 °C pendant 48 h. Examiner la formation de gaz dans le tube après 24 h et 48 h.
- Si le tube montre une opacité, un aspect trouble ou un dégagement gazeux, faire une subculture dans un tube contenant un milieu sélectif liquide (bouillon EC).
- Le tube obtenu est incubé à 44 °C pendant 48 h. Examiner la formation de gaz après 24 h et 48 h.
- Si un dégagement gazeux est noté dans le tube, réaliser une subculture dans un tube contenant de l'eau peptonée exempte d'indole.
- Le tube obtenu en est incubé durant 48 h à 44 °C. Le tube est examiné pour la production d'indole résultant de la dégradation du tryptophane dans les constituants peptonés.
- Les tubes, présentant une opacité, un aspect trouble ou un dégagement gazeux dans le milieu d'enrichissement sélectif liquide et dont les sous-cultures ont produit du gaz dans le bouillon EC et de l'indole dans l'eau peptonée à 44 °C, sont considérés comme contenant *d'Escherichia coli* présumés. On donne les résultats « présence » ou « absence » *d'Escherichia coli* présumés dans x g ou x ml de produit.

#### **Méthode de dénombrement :**

##### ➤ **Prise d'essai, suspension mère et dilutions :**

Préparer un nombre suffisant de dilutions pour assurer que tous les tubes de la dilution finale donneront un résultat négatif.

##### ➤ **Inoculation et incubation du milieu d'enrichissement sélectif (bouillon au lauryl sulfate) :**

- Une série de trois tubes pour chaque dilution est prévue. Il est nécessaire d'incuber une série de cinq tubes pour les coquillages marins vivants ou pour d'autres types de produits, et/ou quand une exactitude plus grande des résultats est exigée.

## ANNEXES

---

- Prendre trois tubes double concentration de milieu d'enrichissement sélectif, transférer dans chacun de ces tubes 10 ml de la suspension mère en utilisant une pipette stérile. Ces prises d'essai correspondent à 1 g d'échantillon par tube.
- Prenez alors trois tubes de milieu d'enrichissement sélectif simple concentration, transférer à chacun de ces tubes 1 ml de la suspension initiale en utilisant une nouvelle pipette stérile. Ces prises d'essai correspondent à 0,1 g d'échantillon par tube.
- Pour chacune des nouvelles dilutions (égal à 0,01 g, 0,001 g, etc. d'échantillon par tube), procéder utilisant une nouvelle pipette stérile pour chaque dilution. Mélangez soigneusement l'inoculum et le milieu.
- Placer dans l'incubateur les tubes de milieu d'enrichissement sélectif double concentration préparée et les tubes simple concentration préparés, à 37 °C pendant 24 h ± 2 h. Si, à ce stade, ni la production de gaz, ni l'opacité empêchant l'observation de dégagement gazeux ne sont observés poursuivre l'incubation jusqu'à 48 h ± 2 h. Pour les coquillages marins vivants, la durée d'incubation doit être de 48 h ± 2 h

### ➤ **Subculture et incubation du milieu sélectif (bouillon EC) :**

- Pour chaque tube de milieu double concentration et pour chaque tube de milieu simple concentration incubé, si on observe une opacité, un aspect trouble ou un dégagement gazeux, réaliser une subculture dans un tube de bouillon EC à l'aide d'une anse.
- Incuber les tubes dans un bain d'eau ou une étuve à 44 °C pendant 24 h ± 2 h. Si, à ce stade, il n'y a aucun dégagement gazeux visible dans le bouillon EC, poursuivre l'incubation jusqu'à 48 h ± 2 h. La durée d'incubation doit être de 24 h ± 2 h pour les coquillages marins vivants.

### ➤ **Examen pour la production d'indole :**

Ajouter 0,5 ml de réactif indole aux tubes d'eau peptonée incubés. Bien mélanger et examiner après 1 min. Une couleur rouge de la phase alcoolique indique la présence d'indole.

### ➤ **Interprétation :**

Est considéré comme positif, chaque tube de milieu d'enrichissement sélectif double concentration et simple concentration incubé montrant, après la subculture et l'incubation, un dégagement gazeux visible dans le tube de bouillon EC et une production d'indole dans le tube d'eau peptonée. Pour chaque dilution, comptez le nombre de tubes de résultat positif de milieu double concentration et simple concentration.

## ANNEXES

---

### ➤ **Expression des resultats :**

Conformément à l'interprétation des résultats, conclure la présence ou l'absence d'*Escherichia coli* présumés dans la masse en grammes ou le volume en millilitres de l'échantillon pour essai. Calculer le nombre le plus probable (NPP) d'*Escherichia coli* présumés de chacun des tubes positifs pour chacune des dilutions, par référence aux tables statistiques fixées par les techniques reconnues. nse, un tube d'eau peptonée, préchauffé à 44 °C. Incuber pendant 48 h ± 2 h à 44 °C.



### **Annexe 9 : Démembrement des *salmonella* selon (Art.05.02.2017)**

#### **Principe :**

##### ➤ **Pré enrichissement en milieu non sélectif liquide :**

Ensemencement de la prise d'essai dans de l'eau peptonée tamponnée à la température ambiante, puis incubation à 37 °C ± 1 °C pendant 18 h ± 2 h. Pour certains aliments, l'utilisation d'autres modalités de préenrichissement est nécessaire. En cas de grandes quantités, il convient de chauffer l'eau peptonée tamponnée à 37 °C ± 1 °C avant l'ensemencement de la prise d'essai.

##### ➤ **Enrichissement en milieux sélectifs liquides :**

Ensemencement du bouillon Rappaport-Vassiliadis avec Soja (bouillon RVS) et d'un bouillon Muller-Kauffmann au Tétrathionate-novobiocine (MKTn) avec la culture obtenue. Incubation

## ANNEXES

---

du bouillon RVS à  $41,5\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  pendant  $24\text{ h} \pm 3\text{ h}$  et du bouillon MKTTn à  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  pendant  $24\text{ h} \pm 3\text{ h}$ .

### ➤ **Isolement et identification :**

A partir des cultures obtenues, ensemencement de deux milieux sélectifs solides :

- ❖ Gélose xylose lysine désoxycholate (gélose XLD) ;
- ❖ Un autre milieu sélectif solide approprié, laissé au choix du laboratoire, complémentaire du milieu gélosé XLD, permettant la recherche de Salmonella lactose positive, incluant Salmonella Typhi et Salmonella Paratyphi.
- Incubation du milieu gélose XLD à  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  puis examen après  $24\text{ h} \pm 3\text{ h}$ . Incubation du second milieu sélectif selon les recommandations du fabricant.

### ➤ **Confirmation :**

Repiquage des colonies présumées de Salmonella isolées, et confirmation au moyen des essais biochimiques et sérologiques appropriés.



## ANNEXES

---

### Annexe 10 : Détermination de la capacité de rétention d'eau :



### Annexe 11 : Détermination de la capacité de rétention d'huile :

