INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

Laboratoire de Science et Génie Alimentaires

UNIVERSITE DE NGAOUNDERE

Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro - Industrielles

Laboratoire de Biophysique, de Biochimie Alimentaire et Nutrition

---

THESE

Présentée devant l'institut National Polytechnique de Lorraine

Pour obtenir le grade de

Docteur de L'INPL et Docteur PhD de l'Université de Ngaoundéré

Spécialité : Procédés Biotechnologiques et Alimentaires

Par

Elie Baudelaire DJANTOU NJANTOU

Optimisation du broyage des mangues séchées (*Manguifera indica* var Kent) : Influence sur les propriétés physicochimiques et fonctionnelles des poudres obtenues

---

Thèse soutenue à l'INPL le 23 novembre 2006.

Président	
Michel Parmentier	Professeur, LSGA, ENSAIA-INPL de Nancy
Rapporteurs	
Jean Luc Ilari	Professeur, ENITIA de Nantes
Joseph Ngalani	Directeur de recherche, IRAD de Yaoundé
Examinateurs	
Carl Moses Mbofung	Professeur, Directeur ENSAI de Ngaoundéré (Directeur de thèse)
Paul Henry Amvam Zollo	Professeur, Recteur Université de Ngaoundéré
Joël Scher	Professeur, LSGA, ENSAIA-INPL de Nancy (Directeur de thèse)

Remerciements

Cette Thèse a été élaborée dans le Laboratoire de Science et de Génie Alimentaires (LSGA) de l'ENSAIA-INPL de Nancy et dans l'unité de formation doctorale et de spécialisation en Sciences Alimentaires et Nutrition de l'Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-industrielles de l'Université de Ngaoundéré.

J'exprime mes sincères remerciements au LSGA de Nancy, au Laboratoire de Biophysique, de Biochimie Alimentaire et Nutrition (LBBAN) de l'ENSAI (Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-Industrielles)/Université de Ngaoundéré et au Laboratoire de Technologie Alimentaire de l'IRAD (Institut de Recherche Agricole pour le Développement) de Garoua au Cameroun pour les moyens logistiques mis à ma disposition pour la réalisation de ce travail.

Que Monsieur Carl Mbofung M. F, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-industrielles (ENSAI) de l'Université de Ngaoundéré et Monsieur Joël Scher, Professeur à l'ENSAIA-INPL qui malgré leurs multiples occupations, n'ont ménagé aucun effort pour la direction de ce travail, trouvent ici l'expression de toute ma gratitude.

Je remercie tous ceux qui ont contribué à ce travail en m'aidant à réaliser, ou en réalisant pour moi certaines opérations : Monsieur Frédéric Villiera pour les analyses effectuées au LEM, Monsieur Alain Coller pour les analyses effectuées à la faculté de Sciences, Madame Marie Noëlle Pons pour les analyses effectuées à L'ENSIC, le Docteur Anselme Kameni Maître de Recherches à l'IRAD, qui m'a ouvert son laboratoire pour la préparation des échantillons.

J'exprime mes sincères remerciements à Monsieur Njintang Yanou Nicolas, Chargé de Cours à l'Université de Ngaoundéré, pour l'aide et les conseils précieux dont il m'a gratifié tout au long de ce travail.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance à tout le personnel, les chercheurs et les doctorants du LSGA pour leur convivialité qui aura fait du laboratoire un cadre propice à l'activité de recherche. J'associe à ces remerciements, tous mes camarades du LBBAN de Ngaoundéré.

Ma reconnaissance et ma profonde gratitude vont spécialement à Mesdames Angèle Colas, Anne Laplace-chasard, et Jean Pierre Jacquot pour leur disponibilité.

J'exprime ma gratitude à tous les membres du corps enseignant de l'ENSAI de Ngaoundéré pour leur dévouement lors de notre formation, leurs conseils et suggestions.

Toute ma gratitude à Virginie Kapchié, Ngansop Lili, Aboubakar Danjouma, Carine Tchankou, Aboubakar Aboubakar, Laurette Mézajou, Giscar Kapso, Bougen désiré, Dr Woméni Hilaire pour l'ambiance amicale durant notre séjour académique à Nancy.

Mes sincères remerciements vont également à Monsieur Kamgang Jules, Beri Anounké ainsi qu'à tous mes frères et soeurs (Philomène N. Njantou, Adeline T Njantou, Brigitte Flore D Njantou, Camille J Njantou, Anatole Njantou, Benjamin Njantou), sans oublier Adélaïde Laurence Nouémo pour le soutien qu'ils m'ont accordé pendant la réalisation de ce travail.

Mes remerciements vont spécialement aux gouvernements camerounais et français, pour le financement de ce travail.

Ce travail est spécialement dédié à mon défunt frère Guy bienvenu Djantou et mes défunts parents ***Elie*** *et* ***Julienne*** *Djantou.*

Tous mes remerciements à tous ceux qui de près ou de loin auront contribué à la réalisation de ce travail.

Par-dessus tous, mon entière gratitude à Jésus, le Dieu tout puissant et mon Divin appuis.

Sommaire

Remerciements i
Sommaire iii
Liste des figures vii
Liste des tableaux ix
Nomenclature xii

Introduction 1

I. Revue bibliographique 6

I.1 La mangue 7

I.1.1 Généralités. 7

I.1.2 Description botanique. 8

I.1.3 Production et marché. 10

I.1.4 Composition biochimique et valeur nutritive. 12

I.1.5 Conservation. 13

I.1.5.1 Traitements chimiques 13

I.1.5.2 Blanchiment. 144

I.1.5.3 La réfrigération et la congélation. 14

I.1.5.3 Déshydratation osmotique 14

I.2 Transformation de la mangue 15

I.2.1 Les jus. 16

I.2.2 Les cocktails. 16

I.2.3 Les nectars. 16

I.2.4 Les confitures. 17

I.2.5 Les mangues séchées. 17

I.3 La mangue dans la lutte contre l'avitaminose A. 17

I.4 Le broyage comme procédé d'obtention de poudre. 19

I.4.1 Théorie de broyage et modélisation. 19

I.5 Généralités sur les poudres alimentaires. 21

I.5.1 Altérations physicochimiques au cours de la préparation. 21

I.5.1.1 Modifications biochimiques. 21

I.5.1.2 Modifications physicochimiques. 22

I.5.2 Caractéristiques physicochimiques des poudres. 23

I.5.2.1 Granulométrie et morphologie 23

I.5.2.2 Propriétés rhéologiques. 24

I.5.3 Propriétés d'hydratation. 25

II. Matériel et méthodes 27

II.1 Echantillonnage 28
II.2 Etude du broyage 29
II.2.1 Caractéristiques de broyage 30
II.2.2 Détermination de l'aptitude au broyage par modélisation 31
II.2.2.1 Bases théoriques du modèle 31
II.2.3 Etude des modifications physicochimiques lors du séchage des granules. 34
II.3 Détermination des caractéristiques physicochimiques des mangues. 34
II.3.1 Composition biochimique 34
II.3.1.1 Teneur en eau. 34
II.3.1.2 Teneur en protéines. 35
II.3.1.3 Teneur en lipides. 35
II.3.1.4 Teneur en sucres totaux et en sucres réducteurs 35
II.3.1.5 Teneur en amidon. 36
II.3.1.6 Teneur en amidons endommagés 37
II.3.1.7 Teneur en pectines. 37
II.3.1.8 Teneur en cendres 37
II.3.1.9 Teneur en β carotène. 38
II.3.1.11 Teneur en vitamine C. 38
II.3.1.12 Teneur en Sodium, magnésium, potassium et calcium. 39
II.3.1.13 Pourcentage de pertes. 39
II.3.2 Modifications physicochimiques lors du séchage de granules de mangue 39
II.3.2.1 Infra rouge à transformé de Fourier (IFTR). 39
II.3.2.2 Diffraction des rayons X (DRX) 40
II.3.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB). 40
II.3.2.4 Analyses thermiques différentielles (ATD) 40
II.3.3 Propriétés physiques 41
II.3.3.1 Répartition granulométrique des poudres. 41
II.3.3.2 Morphologie des poudres 41
II.3.3.3 Couleur des poudres. 41
II.3.3.4 Activité de l'eau des poudres 42

II.3.3.5 Isotherme d'adsorption de vapeur d'eau des poudres. 42
II.3.4 Propriétés de réhydratation des poudres. 43
II.3.4.1 Obtention des cinétiques de réhydratation par Ascension capillaire. 43
II.3.4.2 Obtention des cinétiques de réhydratation par granulométrie LASER. 43
II.3.4.3 Obtention des cinétiques de réhydratation avec un réacteur instrumenté. 43
II.3.4.4 Obtention des cinétiques de réhydratation avec un rhéomètre équipé d'un système ''vanne''. 44

III. Résultats et discussion 45

III.1 Caractérisation biochimique des échantillons 46

III.2 Etude du broyage des mangues séchées 48
III.2.1 Caractérisation de l'aptitude au broyage des mangues. 48
III.2.1.1 Influence des prétraitements sur le temps d'encrassement. 50
III.2.2 Cinétique de broyage 53
III.2.2.1 Modèle cinétique de broyage des mangues. 54
III.2.2.2 Corrélation entre le modèle proposé et les modèles énergétiques de broyage. 57
III.2.3 Conclusion partielle 58

III.3 Etude du broyage des granules de mangue séchée 60
III.3.1 Caractérisation de l'aptitude au broyage des granules séchés. 60
III.3.2 Cinétique de broyage des granules de mangue séchée. 62
III.3.4 Influence de la composition biochimique sur l'aptitude au broyage. 69
III.3.5 Conclusion partielle 70

III.4 Etude des modifications physicochimiques lors du séchage des granules 71
III.4.1 Cinétique de séchage des mangues. 71
III.4.2 Evolution des caractéristiques de broyage des granules. 72
III.4.3 Modifications physicochimiques 73
III.4.3.1 Oxydation des constituants biochimiques. 73
III.4.3.2 Modifications structurales 74
III.4.3.3 Modifications microstructurales 76
III.4.3.4 Modifications thermodynamiques 77

III.4.4 Hypothèse sur l'encrassement des mangues 77
III.4.5 Conclusion partielle..... 79

III.5 Caractéristiques biochimiques et physicochimiques de la poudre de mangue..... 81
III.5.1 Composition biochimique 81
III.5.1.1 Analyse en composante principale...... 85
III.5.2 Conclusion partielle..... 88

III.5.3 Propriétés physiques..... 89
III.5.3.1 Granulométrie..... 89
III.5.3.2 Morphologie..... 90
III.5.3.3 Couleur. 92
III.5.3.4 Activité de l'eau et isotherme d'adsorption d'eau des poudres..... 94
III.5.3.5 Capacité d'absorption d'eau des poudres. 96
III.5.3.5 Propriétés rhéologiques..... 100
III.5.4 Conclusion partielle..... 104

III.6 Etude de la réhydratation des poudres..... 105
III.5.1 Etude de la réhydratation par granulométrie laser. 105
III.6.2 Etude de la réhydratation à l'aide d'un réacteur instrumenté..... 108
III.6.3 Etude de la réhydratation à l'aide du rhéomètre équipé d'un système ''vanne''..... 111
III.6.4 Conclusion partielle..... 113

IV. Conclusion générale..... 114
Bibliographie..... 119
Résumé 127
Abstract..... 127

Liste des figures

Figure 1 : La mangue : aspect, forme et couleur…….. ….8
Figure 2 : Schéma général de l'étude……29
Figure 3 : Blocage des lames lors du broyage des mangues séchées et formation de pâte … 51
Figure 4 : Influence des prétraitements sur le temps d'encrassement……...……....52
Figure 5 : Corrélation entre la teneur en eau des mangues et le temps d'encrassement (tc)…….52
Figure 6 : Cinétique de broyage des mangues séchées…….…….53
Figure 7 : Cinétique modélisée de broyage des mangues séchées..……...…. …55
Figure 8 : Relation entre le rendement maximal de broyage (max GY) et la constante (a) du modèle (R^2=0,99)……..……..…….…….56
Figure 9 : Cinétique de broyage des granules de mangue (particules de taille < 2 mm)……...63
Figure 10: Modélisation de la cinétique de broyage des granules de mangue séchée…….....64
Figure 11 : Corrélation entre K_d et la teneur en eau des mangues séchées……....66
Figure 12 : Diffractogrammes des granules de mangue……. ..67
Figure 13 : Corrélation entre K_d et l'intensité relative des pics de cristallisation……..……..68
Figure 14 : Cinétique de séchage à 55 °C des lamelles de mangue (zone 1) et des lamelles de mangue pré broyées pendant 35 s (zone 1)……....72
Figure 15 : Spectre IRTF des granules de mangue non séchés et des granules de mangue séchés. ……...…74
Figure 16 : Diffraction des rayons X des granules de mangue. ……...…...…..75
Figure 17 : Surface d'un granule de mangue observé au MEB (Microscope Electronique à Balayage) avant et après 8 h de séchage. ...……...…….....76
Figure 18 : Analyse thermique différentielle des granules de mangue non séchée et séchée 8 heures à 55°C. ……..…….…….77
Figure 19 : Analyse en composantes principales : variation de la composition biochimique avec le tranchage, la D2I et la taille des particules. ……...…....87
Figure 20 : Répartition granulométrique en volume de la poudre de mangue par granulométrie LASER. ……....89
Figure 21 : Microscopie électronique à balayage de la poudre de mangue (exemple de la Poudre (AED)…….……...… ;…….90
Figure 22 : Microscopie électronique à balayage de la poudre de mangue (exemple de la poudre AED)…… ……..92
Figure 23 : Isotherme d' adsorption de vapeur d'eau de la poudre de mangue mesurée avec la méthode des microclimats à 20°C. …… ... .94
Figure 24 : Cinétiques d'absorption d'eau par ascension capillaire des poudres de mangue mesurées à 20 °C. ……...……...…97
Figure 25 : Evolution au cours du temps de la taille des particules en solution. ……...……..106
Figure 26 : Evolution au cours du temps du pourcentage des particules en solution. ……107
Figure 27 : Variation de la conductivité électrique du mélange poudres eau au cours du temps…….……..109
Figure 28 : Evolution de la turbidité des poudres en solution au cours du temps. …….....109
Figure 29 : Variation du pH des poudres en solution au cours du temps..……...…...…110
Figure 30 : Evolution au cours du temps de la viscosité des poudres en solution. ……112
Figure 31 : Optimisation de la préparation de la poudre de mangue……..……..115

Liste des tableaux

Tableau 1 : Période de maturation des mangues (Didier, 1988)…….7
Tableau 2 : Proportion en éléments constitutifs de quelques variétés de mangue……...9
Tableau 3 : Production mondiale de mangue par pays (FAOSTAT Data base, 2004)……...11
Tableau 4 : Composition chimique et valeur nutritive des mangues (De Larousilhe, 1980), variété sprind field. …… 12
Tableau 5 : Prévalence clinique et sub-clinique estimée en 1995 dans les pays d'Afrique occidentale et centrale (OMS, 1995)……18
Tableau 6 : Composition en éléments biochimiques majeurs des mangues et des granules de mangue séchée. ……46
Tableau 7 : Evolution du diamètre moyen D_m des mangues séchées au cours du broyage…...48
Tableau 8 : Caractéristiques de broyage de quelques aliments……..…49
Tableau 9 : Caractéristiques de broyage de mangues séchées…….…..49
Tableau 10 : Equation de régression entre la teneur en eau et les caractéristiques de broyage..50
Tableau 11 : Constantes de broyage des mangues séchées générées par le modèle…….…...56
Tableau 12 : Equation de régression linéaire entre la constante de broyage K_d et les caractéristiques de broyage ……..…….…….57
Tableau 13 : Evolution du diamètre moyen D_m des granules de mangue séchée en fonction du temps de broyage……..…….60
Tableau 14 : Caractéristiques de broyage des granules de mangue séchée……61
Tableau 15 : Equation de régression linéaire entre les caractéristiques de broyage et la teneur en eau des granules…… …62
Tableau 16 : Constantes de broyage des mangues obtenues par le modèle…….65
Tableau 17 : Intensité relative des pics de cristallisation des granules de mangue. ……....68
Tableau 18 : Equation de régression linéaire entre K_d et composition biochimique des mangues. ……69
Tableau 19 : Caractérisation de l'aptitude au broyage des mangues séchées en fonction de la teneur en eau…….……..73
Tableau 20 : Composition biochimique de la poudre de mangue ;…….…..82
Tableau 21 : Taux de rétention des composées biochimiques dans les poudres de mangue ..…..83
Tableau 22 : Composition biochimique de la poudre de mangue en fonction de la granulométrie……86
Tableau 23 : Descripteurs de taille et de forme de la poudre de mangue…….....91
Tableau 24 : Paramètres L*a*b* des poudres de mangue……..…93
Tableau 25 : Influence de la granulométrie sur les paramètre L*a*b* des poudres…….94
Tableau 26 : Paramètres de réhydratation des poudres de mangue tels que générés par le modèle d'ordre I à deux paliers…… …….98
Tableau 27 : Cœfficient de corrélation entre la capacité d'absorption d'eau des poudres et leur composition biochimique……..……...……. ….99
Tableau 28 : Paramètres d'écoulement des poudres de mangue mesurés par Hosokawa……...101
Tableau 29 : Paramètres d'éboulement des poudres de mangue mesurés par Hosokawa……...102
Tableau 30 : Cœfficient de corrélation entre l'Indice d'écoulement d'Hosokawa et les paramètres de forme des poudres de mangue…… ..……103

Nomenclature

A : Poudres de mangue obtenues par ASB.
AD : Poudres de mangue obtenues par ASB associée à la D2I.
AE : Poudres de mangues obtenues par ASB associée à l'éminçage.
AED : Poudres de mangues obtenues par ASB associée à l' éminçage et à la D2I.
AACC: American Association of Cereal Chemists.
ACP : Analyse en composantes principales.
AFNOR : Association Française de Norme.
ANOVA : Analyse à sens unique de la variance.
AOAC: Association of Official Analytical Chemists.
ASB : Alternance de phases de Séchage et de Broyage
ATD : Analyse Thermique Différentielle.
CAE : Capacité d'Absorption d'Eau.
CG : Capacité de Gonflement.
Cf. : Confère.
CIE : Commission Internationale de l'Eclairage.
CP : Composante Principale.
CMS : Cossettes de Mangue Séchée.
CMDS : Cossettes de mangue déshydratée et séchée.
DHC: Dry matter Holding Capacity.
DRX: Diffraction des Rayons X.
DO : Densité Optique.
D2I : Déshydratation Imprégnation par Immersion.
gA : Granules de mangue obtenus par ASB.
gAD : Granules de mangue obtenus par ASB associée à la D2I.
gAE : Granules de mangues obtenus par ASB associée à la D2I et à l'éminçage.
gAED : Granules de mangues obtenus par ASB et éminçage.
HR : Humidité Relative.
IRTF : Infra Rouge à Transformé de Fourrier.
LMS : Lamelles de Mangue Séchée.
LMDS : Lamelles de Mangue Déshydratée et Séchée.
MEB : Microscopie Electronique à Balayage.
MS : Matière Sèche.
OMS : Organisation Mondiale de la Santé.
RA: "Rehydration Ability".
SPSS: Statistical Package for the Social Sciences.
WAC : « Water Absorption Capacity ».

Introduction générale

La mangue (*Mangifera indica*) est un fruit largement produit dans les régions tropicales et subtropicales (Martine, 1993). Elle est consommée à l'état mûr sous forme de dessert et de salade (Besuchet et Pury, 1998). Sa production mondiale très variée (plus de 1000 variétés répertoriées) est actuellement évaluée à près de 17 millions de tonnes et elle occupe le cinquième rang de la production fruitière mondiale après les agrumes, les raisins, les bananes et les pommes (Singh, 1967; Soumah, 1988; Martine, 1993). Au Cameroun cette production est évaluée à plus de 550 000 tonnes (FAO, 2004) et les variétés les plus rencontrées sont Kent, Keith, Amélie, Julie, Sensation, Alfonso, Zill, Early, Gold, Irwin. Sur le plan nutritionnel, la mangue constitue une source essentielle de provitamine A (4800 UI), de vitamine C (13mg/100 g), de minéraux tels que le calcium (0,01 %), le phosphore (0,02 %) et le fer (0,3 mg/g) (Laroussilhe, 1980 ; Desmorieux, 1992). La valeur énergétique de sa pulpe varie de 50 à 60 calories pour 100 g de produit frais (Laroussilhe, 1980). Dans certaines régions comme la partie septentrionale du Cameroun, et pendant des périodes de grande production, la mangue peut assurer un apport énergétique de l'ordre de 2400 kcal/jour, soit l'équivalent du besoin calorique journalier d'un adulte au repos. La consommation régulière de mangue pourrait également constituer un moyen efficace de lutte contre l'avitaminose A (Sibetcheu *et al.,* 1999 ; Bendech, 2002). Il convient de rappeler que d'après les statistiques de l'OMS (1995), plus de 250 millions d'enfants âgés de moins de 5 ans dans le monde sont exposés aux risques de carence en vitamine A, les enfants des pays en développement étant les plus touchés. Au Cameroun la prévalence en avitaminose A est estimée à près de 11% (Sibetcheu *et al.,* 1999).

Malgré l'importance nutritionnelle et économique de la mangue, et l'intérêt alimentaire que lui accordent les populations, son utilisation est limitée par d'énormes pertes post-récolte. On peut à titre illustratif mentionner les travaux de Kansci *et al.,* (2003) qui ont globalement chiffré les pertes post-récolte de mangue dans le monde à environ 80%. Dans une étude menée en 2001 au Cameroun, Temple a chiffré ces pertes à environ 60%. Les pertes importantes de mangue après la récolte peuvent se justifier à plusieurs niveaux : (1) L'abondante production du fruit est saisonnière, généralement 2 à 3 mois par an (Mars, avril et Mai au Cameroun) ; (2) la surabondance des mangues sur les marchés engendre des stocks de produits non vendus ; (3) l'absence de technologie post-récolte de stabilisation du fruit soit à l'état frais, soit à l'état transformé.

L'un des objectifs de ce travail a alors été de trouver des solutions aux problèmes de conservation post-récolte de mangues. Dans cette optique, la transformation des mangues en

poudre a été envisagée. Cette dernière pourrait être soit reconstituée en jus, soit utilisée dans la formulation des préparations enrichies en vitamines A et C. Dans un contexte plus global, ce travail s'inscrit dans le courant d'idées actuelles axées vers le développement de nouveaux produits pour les industries alimentaires où la demande en ingrédients est de plus en plus grandissante. Il est important de rappeler que la plupart des aliments actuellement produits par l'industrie sont sous forme de poudre (Fitzpatrick et Ahrné, 2005). A ce titre, l'industrie des poudres prend une importance sans cesse croissante aussi bien pour les producteurs d'ingrédients alimentaires que pour les utilisateurs.

Deux procédés sont généralement utilisés pour produire la poudre à savoir le séchage et le broyage. Ces procédés incluent l'atomisation, la cristallisation et le séchage par convection (électrique ou solaire). Au stade actuel des connaissances, le séchage par convection associé au broyage et l'atomisation sont les techniques couramment utilisées pour la production des poudres. Comparée à l'atomisation, la première technique présente l'avantage d'être moins onéreuse et facile à mettre en œuvre. Dans tous les cas, la raison majeure de production des poudres est simplement le prolongement de la durée de vie de l'aliment par réduction de la teneur en eau du produit frais qui se dégrade très rapidement (Fitzpatrick et Ahrné, 2005).

Les études sur l'application des procédés de production des poudres de mangue sont très limitées. On peut citer les travaux qui ont été menés en Inde sur la mangue verte (Nanjumdaswamy *et al.,* 1976; Subramaman *et al.,* 1976, Gamgopordhyay *et al.,* 1976, Dahade et khekar, 1980 ; et Kalra, 1981). Selon les résultats de ces travaux, la mise en œuvre des procédés de séchage par convection et de broyage a donné des résultats satisfaisants. Ces résultats ne semblent pas cependant transposables aux mangues à maturité commerciale pour deux raisons. (1) Les mangues vertes sont très pauvres en provitamines A (Mircea, 1998) et sont plus généralement utilisées comme épice que comme source de vitamine A. (2) Les mangues de variété Kent-Cameroun présentent certes un bon comportement au séchage (brunissement limité, réduction significative de la teneur en eau) et à la réhydratation (Djantou, 2002, Kameni *et al.,* 2004), mais des études préliminaires ont montré que l'encrassement survient très tôt pendant le broyage du produit séché conduisant à la formation d'une pâte au lieu de la poudre recherchée. Dans l'intérêt de produire une poudre pouvant être utilisée comme source de vitamine A, notre choix a porté sur les mangues «mûres» comme matière première pour la production de poudre. Ce choix a donc nécessité qu'une solution soit trouvée au problème d'encrassement des mangues. A ce titre le développement d'un procédé adapté pour la transformation de mangues mûres en poudre était impératif.

Développer une méthode de production de poudre de mangue à maturité commerciale présente à coup sûr l'avantage d'assurer la conservation de la mangue, de constituer une source de vitamine A et C disponible sur une longue période, mais aussi de faciliter son utilisation dans diverses préparations. S'il est évident que le développement des techniques de broyage optimal de la mangue séchée en poudre pourrait améliorer la consommation du fruit, il n'en demeure pas moins que l'utilisation de la poudre reste un point capital dans son exploitation. Selon Fitzpatrick et Ahrné (2005), l'utilisation des poudres dépend de leur fonctionnalité dont quelques aspects majeurs incluent (1) les propriétés physicochimiques tels que la rhéologie, le comportement à la réhydratation, (2) les propriétés nutritionnelles comme par exemple la teneur en vitamines, et enfin (3) les propriétés organoleptiques (couleur, goût, texture).

C'est fort de tout ce qui précède que la présente étude a été menée dans le but de déterminer les conditions optimales de broyage de mangues séchées, et d'évaluer l'influence des traitements appliqués sur les caractéristiques physicochimiques et les propriétés fonctionnelles des poudres obtenues.

Pour effectuer cette étude, nous nous sommes basés sur 2 hypothèses générales de recherche :

1- La forte teneur en eau des mangues serait la principale cause de l'encrassement observé lors du broyage.

2- Il se produit au cours de la préparation de la poudre de mangue, des modifications susceptibles d'affecter ses caractéristiques physicochimiques.

Pour vérifier la première hypothèse, trois approches ont été utilisées pour l'abaissement de la teneur en eau des mangues. Il s'agit (1) de l'alternance du séchage et du broyage (ASB), (2) de l'utilisation des prétraitements (éminçage et D2I), (3) de la combinaison des prétraitements et de l'ASB. La première partie du travail est consacrée à l'étude du broyage en fonction de chacune des approches utilisées.

Pour la vérification de la seconde hypothèse, la caractérisation des mangues a été effectuée à différentes étapes de préparation. La seconde partie de l'étude a été consacrée à la

détermination des caractéristiques biochimiques, physiques et d'hydratation des poudres en relation avec leurs modes de préparation.

Les travaux obtenus dans le cadre de cette thèse ont fait l'objet de publications et des communications suivantes.

1_ Publication acceptée dans les journaux internationaux :

- Djantou E.B., Mbofung C.M.F., Scher J., 2006. A modeling approach to determine the effect of pre-treatments on the grinding ability of dried mangoes for powder production (*Manguifera indica* Var Kent). Publication acceptée dans *Journal of Food Engineering*.

2_ Publication soumise dans les journaux internationaux :

- Djantou E.B., Mbofung C.M.F., Scher J., 2006. Study of the Alternating Drying and Grinding (ADG) as a new method to produce powder from ripe mango (*Manguifera indica* Var Kent). *Journal of Food Engineering.*

3_ Conférences avec comité de lecture

- Djantou E.B., Mbofung CM., Scher J., Kameni A., 2004. *Etude de la production de poudre à partir des tranches de mangue séchée (Mangifera Indica)*. Récents Progrès en Génie des Procédés. Sciences et Technologie des Poudres. Vol 91, Lavoisier, Paris.
- Djantou N.E.B., Mbofung C.M.F., Scher J., Kameni A., 2004b. Influence du procédé de production (*Mamguifera indica*) sur quelques caractéristiques chimiques et nutritives de la poudre de mangue. 16ième Rencontre Agorale. Nov/Déc 2004 / Nantes, France, 130 – 134.
- Djantou E.B, Mbofung C.M.F., Scher J., 2006. Study of the influence of biochemical composition on dried mango grinding ability. Conférence Internationale IUFOST. Sept 2006 / Nantes, France, 337-338.

I : Revue Bibliographique

I.1 La mangue

I.1.1 Généralités.

La mangue est originaire d'Inde. Elle fut introduite en Afrique et au Brésil au XVI ème siècle (Soumah, 1988 ; Martine, 1993). C'est un fruit répandu dans les régions tropicales et subtropicales. Elle est cueillies sur des manguiers, arbres mesurant entre 10 et 20 m de haut (Martine, 1993), possédant un système racinaire essentiellement pivotant et caractérisé par la présence d'un nombre réduit de grosses racines peu ramifiées (Moutonnet, 1977).

Le manguier est un arbre fruitier de climat tropical caractérisé par une alternance très nette de saison sèche et humide. Les jeunes arbres sont très sensibles au gel. La zone de confort se situe entre 4 et 40 °C avec un optimum entre 23 et 27 °C. Les hautes altitudes sont défavorables à la bonne croissance du manguier notamment en retardant sa floraison (Bafodé, 1988). Le manguier pousse dans des sols très variés. Il préfère cependant des sols profonds, assez légers ou de structure moyenne, capables d'assurer une pénétration suffisante des racines, une bonne aération et un bon drainage. La multiplication des manguiers se fait essentiellement par greffage. Il faut environ 6 mois pour l'obtention d'un plant : semis de mars à mai, greffage de septembre à décembre, plantation en juin de l'année suivante. Le temps de maturation du fruit varient selon les espèces (**Tableau** 1).

Tableau 1 : Période de maturation des mangues. (Didier, 1988).

	Destination commerciale	
Temps de maturation	Marché local	Exportation
Précoce	Amélie (transformation)	Zill, Amelie, Early, Gold
Semi- précoce	Springfield (mangue papaye)	Irwin, Zill, Amelie
De saison+	Ruby, Beverly	Kent, Valentia, Palmer
Tardive	Smith, Brooks	Kent, Keilt, Smith

+ La pleine saison se situe en Mai- Juin

On distingue les variétés précoces, semi précoces et tardives (Didier, 1988). Le minimum de pluviométrie nécessaire est d'environ 750 mm /an. Le manguier a besoin de repos végétatif pour

fleurir. Ce repos dont la durée est de 2 à 3 mois est d'une grande importance pour la fructification car il conditionne le calendrier des irrigations et l'apport en éléments fertilisants. Il n'y a en général qu'une période de floraison dans l'année, avec de légères différences de dates selon les variétés (Bafodé, 1988).

I.1.2 Description botanique.

Selon Laroussilhe (1980) le manguier appartient:

- à l'embranchement des *Spermaphytes,*
- à la classe des *Dicotylédones,*
- à la famille des *Anacardiacées,*
- au genre *Mangifera.*

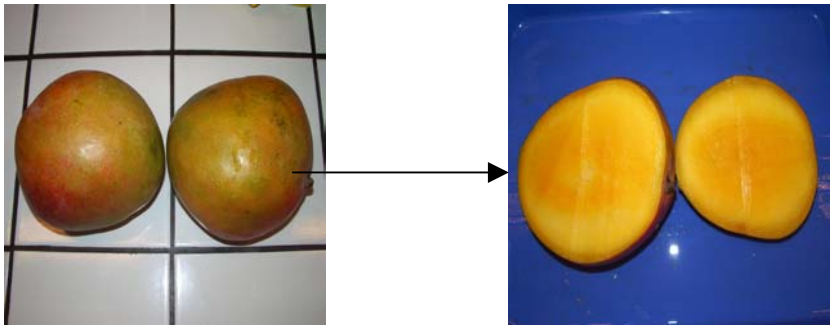


Figure 1 : La mangue : aspect, forme et couleur.

On dénote environ 62 espèces arborescentes dont l'une d'elle *Mangifera indica,* comprend plus de 1000 variétés (Singh, 1967). Soumah (1988) et Laroussilhe (1980) distinguent deux grandes catégories :

- les variétés locales encore appelées «mango» dont les fruits ont un gros noyau prolongé de longues fibres qui pénètrent jusqu'au cœur de la pulpe. Ces fruits dégagent une odeur de térébenthine,

- les variétés greffées ou améliorées qui produisent des fruits beaucoup plus prisés des consommateurs. Parmi celles-ci, on peut citer les variétés Kent, Keith, Amélie, Julie, Sensation, Alfonso, Zill, Early, Gold, Irwim etc.

Au sens botanique, le fruit est la structure de la plante qui, au stade de maturité, contient les graines (Cheftel *et al.,* 1980). Le fruit du manguier appelé mangue est une drupe variable en forme, en dimension et en couleur (**Figure** 1). Plus ou moins aplatie latéralement, la mangue a un poids variable (100 à 1200g) selon les variétés (Soumah, 1988). La mangue comprend principalement trois parties : l'exocarpe, le mésocarpe et le noyau. Le tableau 2 présente la composition biochimique de la pulpe de mangue.

Tableau 2 : Proportion en éléments constitutifs de quelques variétés de mangue (Bafodé, 1988).

Variétés	Poids moyen (kg)	% Peau (g/100 g)	% Noyau (g/100 g)	% Pulpe (g/100 g)
Julie	0,794	7,68	5,16	87,15
Springfield	0,802	18,0	7,77	74,23
Smith	0,6160	15,32	5,82	78,86
Kent	0,757	13,43	6,22	80,35
Amélie « gouverneur »	0,390	8,08	5,13	86,80
Brook	0,550	14,20	5,60	80,20
Irwin	0,407	17,50	6,30	75,80
Palmer	0,414	21,12	10,40	67,60
Zill	0,310	8,20	5,15	86,65

La peau ou exocarpe, est la partie externe qui recouvre le fruit. Elle devient jaune - orange, rouge ou demeure verte à maturité selon les variétés. La pulpe ou mésocarpe, est la partie comestible du fruit. Les variétés améliorées comportent beaucoup moins de fibres dans le mésocarpe et sont plus acceptées des consommateurs que les variétés sauvages. Le noyau ou endocarpe présente une insertion de fibres, et possède une cavité dans laquelle loge l'amande.

I.1.3 Production et marché.

Plusieurs régions du monde présentent des conditions écologiques favorables au développement du manguier. D'après Martine (1993), 78 % de la production se trouvent en Asie, tandis que 15 % se trouvent dans le continent américain et 7 % en Afrique sub-saharienne. Martin (1993) a estimé la production mondiale de mangues à environ 17 millions de tonnes. Entre temps cette production s'est bien accrue. La mangue représente aujourd'hui la cinquième production fruitière après les agrumes, les raisins, les bananes et les pommes. Au Burkina-Faso, 40 000 tonnes de mangues sont produites chaque année dans la région de Bobo Dioulasso.

Le Mali fut le premier pays à exporter, vers la fin des années 1960, des mangues vers l'Europe. Il fut suivi par le Burkina, la Guinée, le Sénégal, et surtout la Côte d'ivoire, dont les exportations, d'environ 2 500 t au début des années 1990, ont été multipliées par 4,5 en 2 000 (Rey *et al.,* 2004). Cette croissance rapide des exportations ivoiriennes a bénéficié de la présence d'une façade maritime et d'un effet de masse créé par les exportations de bananes et d'ananas.

La variété amélie a longtemps constitué l'essentiel des exportations du Mali, du Burkina Faso et de la Côte d'ivoire. Cependant dès 1971, des expéditions expérimentales de mangues colorées furent réalisées avec succès. Certains pays producteurs (le Mali, le Burkina Faso et le Sénégal) ont développé des expériences de séchage de la mangue et de sa commercialisation sur leurs marchés. Actuellement la production de mangue au Mali est destinée aux magasins d'alimentation de groupe ciblant les populations les plus aisées. Celle du Burkina Faso est majoritairement écoulée sur les marchés extérieurs. Jusqu'à présent sa disponibilité et son utilisation restent marginales.

La consommation de mangues grandissant en Europe, le choix variétal s'est progressivement diversifié avec l'introduction de nouvelles variétés : Amélie, en début de campagne, puis Kent, Keitt et Palmer. Parallèlement à cette évolution variétale, les techniques de conditionnement se sont progressivement modernisées (Rey *et al.,* 2004). En 1985, les exportations de mangue du Mali vers la France étaient évaluées à 24 000 tonnes. Le marché d'exportation était estimé à plus de 100 000 tonnes par an en 1992, dont à peu près 50 000 t à destination des pays de la CEE (communauté économique européenne) (Martine, 1993). Le **Tableau** 3 présente la production mondiale de mangues par pays d'après de récentes estimations (FAO, 2004).

Tableau 3 : Production mondiale de mangues par pays (FAOSTAT Data base, 2004).

Class.	Produit	Production (MT)	Note
1	Inde	10 780 000	F
2	Chine	3 200 000	*
3	Thaïlande	1 750 000	F
4	Mexique	1 503 010	*
5	Pakistan	1 072 000	*
6	Philippines	890 000	F
7	Brésil	845 000	F
8	Indonésie	731 240	*
9	Nigeria	730 000	F
10	Égypte	327 000	F
11	Viet Nam	305 700	*
12	Haïti	261 000	F
13	Cuba	232 900	*
14	Madagascar	210 000	F
15	République démocratique du Congo	200 000	F
16	Soudan	195 000	F
17	République-Unie de Tanzanie	195 000	F
18	Guatemala	187 000	F
19	Bangladesh	243 000	*
20	République dominicaine	185 500	F
21	Mali	29 145	F
22	Benin	12 000	F
23	Burkina Faso	5 000	F
24	Cameroun	550	F

F = Estimation de la FAO | * = Renseignement officieux

Les données de la production de mangues au Cameroun présentées par la FAO (**Tableau** 3) semblent sous estimées, une enquête globale n'ayant pas été effectuée sur tout le pays. Pour la seule ville de Yaoundé la production périurbaine a été évaluée par le ministère de l'Agriculture à environ 180 t/an (Belinga, 2000). L'Adamaoua, le Nord et l'Extrême Nord sont les provinces du Cameroun où la production de mangue est la plus élevée.

I.1.4 Composition biochimique et valeur nutritive.

Certaines variétés de mangues sont considérées comme des variétés pulpeuses (Early, Gold, Keith, Kent, Palmer, Smith et Springfield) et d'autres comme des variétés juteuses (Julie, Zill). La pulpe de mangue est un aliment de forte valeur nutritive à majorité constituée d'eau et de glucides, de vitamines et de minéraux (**Tableau** 4). La mangue contient cependant une faible quantité de protéines et de lipides. La valeur énergétique de la pulpe de mangue varie de 50 à 60 calories pour 100 g de produit frais ou plus selon les variétés (Laroussilhe, 1980). La présence de fibres en quantité importante fait de la mangue un aliment qui facilite la digestion. Le **Tableau** 4 présente la composition de la mangue à maturité biologique et à maturité commerciale.

Tableau 4 : Composition chimique et valeur nutritive des mangues (Laroussilhe, 1980), variété sprind field. *a) constituants majeurs, b) micro-éléments*

a)

	Valeur moyenne	
Composition	Mangue verte	Mangue mûre
Eau%	90,0	96,1
Protéines%	0,7	0,6
Lipides %	0,1	0,1
Glucides %	8,8	1,8
Fibres %	_	1,1
Matières minérales %	0,4	0,3

b)

	Valeur moyenne	
Composition	Mangue verte	Mangue mûre
Calcium%	0,01	0,01
Phosphore %	0,02	0,02
Fer mg/g	4,5	0,3
Vitamine A (U.I)	150	4800
Riboflavine mg/g	0,03	0,05
Thiamine mg/100g	_	0,04
Vitamine C mg/100g	3	13
Acide nicotinique mg/100g	_	0,3
Valeur en calories pour 100g	39	50 à 60

I.1.5 Conservation.

De nombreux champignons (*Colletotrichum gloeosporioides*, *Diplodia notalensis*) détériorent les mangues après la récolte, lors du transport et durant la conservation, causant des pertes très importantes dans les lots expédiés. En plus de cette dégradation liée aux microorganismes, l'évolution des constituants biochimiques de la mangue induit des réactions qui conduisent à sa dégradation. Pour inhiber ces facteurs de dégradation et permettre une bonne conservation, plusieurs techniques ont été préconisées. Certaines visent à réduire la charge microbienne (traitements chimiques, blanchiment), d'autres à freiner les réactions de dégradation interne ainsi que l'action des micro-organismes (réfrigération, séchage).

I.1.5.1 Traitements chimiques.

L'utilisation des fongicides et des bactéricides est généralement effectuée sur le fruit nouvellement cueilli. C'est ainsi que pour l'anthracnose, le trempage des mangues dans une solution de bénoyl (33 g / 100 l d'eau) a été préconisé. Le thiabendazole quant à lui est utilisé contre certains champignons (Pénicillium). Pour cela il est introduit dans un bain à raison de 2000 ppm de thiabendazole lactique pendant 30 secondes (Laville, 1994).

I.1.5.2 Blanchiment.

Ce traitement consiste à plonger les mangues dans l'eau chaude à 52 ±1 °C pendant 5 min. à partir du moment où la température de la pulpe atteint 30±1°C. Laville, (1994) a conseillé un bain total de 10 min. à 50 °C. Ce traitement serait plus efficace pour l'anthracnose lors de l'entreposage. Seulement, cette technique a l'inconvénient d'accélérer la maturation. L'ajout de l'hydrazine maléique (100 à 1500 ppm) à l'eau chaude permet de remédier à ce problème. Le traitement à l'eau chaude peut être suivi d'un enrobage à la cire.

I.1.5.3 La réfrigération et la congélation.

La réfrigération permet la conservation de courte durée de la mangue. Elle ralentit la prolifération microbienne ainsi que le mûrissement. La congélation est peu utilisée parce qu'elle provoque des modifications de la texture, la maladie du shilling injury et la modification des propriétés organoleptiques de la mangue (Campbell et Campbell, 1983).

I.1.5.4 La déshydratation.

Le séchage est la technique la plus efficace pour la conservation de la mangue en zone tropicale (Desmorieux, 1992). Son principe est la conservation du produit par diminution de l'activité en eau ($a_w < 0,6$), par évaporation totale ou partielle de l'eau grâce à un apport d'énergie (Lavialle, 1993). La réduction de l'activité de l'eau permet alors de limiter la contamination microbienne et ralentir les réactions biochimiques (Bimbenet et Guiblot, 1966). Comme la plupart des produits séchés, la mangue séchée se prête généralement à une conservation de longue durée (6 à 12 mois) (Desmorieux, 1998). La durée de conservation peut être prolongée lorsque les produits sont convenablement conditionnés (emballage étanche à l'eau, à l'air et aux arômes) (BIT, 1980 ; APRIA, 1978).

Les isothermes de sorption réalisées à 37°C montrent que la mangue séchée est très peu hygroscopique (Siddappa *et al.,* 1960) avec une adsorption d'eau < 10 % pour les a_w compris entre 0 et 0,9. Le mode de préparation de mangue séchée inclut généralement des opérations de parage, de tranchage, de prétraitement et de séchage. Le tranchage peut s'effectuer soit en dés soit en cossettes et le séchage, à l'aide de fours électriques ou au soleil (Kaméni *et al.,* 2004). Le produit ainsi obtenu est généralement souple et d'une saveur sucrée/acide. Des études ont préconisé l'utilisation des antioxydants tels que le méta sulfite de sodium ou le dioxyde de soufre pour l'amélioration de la couleur des tranches de mangue séchée et limiter les pertes en

vitamine A (Mircea, 1995). Seulement, la tendance mondiale actuelle est la promotion des produits biologiques.

Les travaux effectués par Jiokap *et al.,* (2001) sur la déshydratation imprégnation par immersion (D2I) de rondelles de mangues ont montré qu'avec un traitement de D2I (50° Brix pendant 4 heures à 30°C) la mangue perd près de 30% de sa teneur en eau. Les travaux des mêmes auteurs ont montré que couplée au séchage, la D2I entraîne une diminution considérable du temps de séchage et améliore la valeur nutritionnelle (teneur en vitamines), la couleur et le goût du produit final. Le couplage de la D2I au séchage de la mangue conduit alors à une amélioration de sa couleur et de sa qualité nutritionnelle.

En plus de la stabilité microbiologique, la déshydratation a aussi pour rôle de réduire le volume du produit et par conséquent de faciliter le stockage et diminuer les coûts de transport (UNIFEM, 1989).

I.2 Transformation de la mangue

Si ailleurs la transformation en sous produits a pour objectif de donner de la valeur ajoutée au produit, en Afrique elle apparaît tout d'abord comme une voie de conservation des excédents de production. En Inde, la mangue est un fruit largement utilisé dans la transformation industrielle ou artisanale (Bouka et Malouala, 1987). En Afrique de l'Ouest, la transformation est limitée par le marché de produits finis, les jus et les nectars de mangue étant difficiles à commercialiser localement. Au Burkina Faso, la Savana, première entreprise de transformation des fruits du pays, ne transforme annuellement que 144 tonnes de mangues (chiffre à comparer aux 400 000 tonnes produites dans la région) (Martine, 1993).

La liste des produits préparés en Afrique à partir des mangues n'est pas longue. A peine peut-on citer quelques fabrications de jus, de marmelade ou confiture et de mangue séchée. A la demande de plusieurs pays africains, gros producteurs de mangues, des essais furent effectués dans le but de préparer des produits de bonne qualité dans l'optique d'une commercialisation possible en Europe. Aux Etats Unis la tendance est à la préparation des nectars de mangue, tandis qu'en Inde l'on prépare avec des mangues des aliments très variés (Bouka et Malouala, 1987, Dabhade *et al.,* 1980).

Les technologies utilisées pour la préparation des sous produits sont de nature chimique (sucrage pour les marmelades et les sirops concentrés) ou thermique (dessiccation pour les

poudres et les pulpes séchées et l'appertisation pour les jus de fruits et les conserves en boîtes) (Bafodé, 1988). Les produits obtenus à l'issue de la transformation sont très diversifiés. Parmi ceux-ci on peut citer les jus de mangue, les cocktails de mangue, les nectars de mangue, les compotes, les confitures, les tranches de mangue séchée et la poudre de mangue.

I.2.1 Les jus.

Un jus de fruits ou de légumes est habituellement défini comme un liquide fermentescible mais non fermenté obtenu par pressurage modéré de fruits ou de légumes frais et sains arrivés à la maturité, rien n'ayant été ajouté ni soustrait de ce liquide qui est généralement désigné sous le nom de «jus brut» ou « jus initial » (Duverneuil, 1989). Ce jus peut à juste titre être considéré comme le seul ayant droit à l'appellation « 100% de jus de fruit naturel ». A cet état la mangue est difficilement buvable parce que trop concentrée, d'où la nécessité de procéder à des dilutions qui conduisent à l'obtention de jus plus ou moins visqueux selon la préférence du consommateur. L'ajout de sucres (8 à 12°B) et d'acide (pH entre 3,9 et 5,5) permet d'améliorer le goût du produit. La préparation des jus de mangue fait intervenir des opérations de parage, de broyage et de filtration. A l'issue des opérations de parage qui consistent au pelage et au dénoyautage de la mangue, la pulpe obtenue est broyée puis diluée avant d'être filtrée et clarifiée au besoin. A la suite de ces opérations, la teneur en sucres est ajustée ainsi que l'acidité du jus qui est alors conditionné et réfrigéré pour une meilleure conservation (Cheftel et Cheftel H, 1980).

I.2.2 Les cocktails.

En raison des déséquilibres qui peuvent survenir lors de la fabrication des jus de mangues (changement de couleurs, pH, acidité titrable, pourcentage de pulpe ou onctuosité), des ajustements peuvent être faits à l'aide des jus d'agrumes (exemple du citron) pour rétablir l'équilibre. Ces mélanges conduisent à des cocktails de mangue (Martin, 1993).

I.2.3 Les nectars.

Les nectars de mangue sont des boissons fabriquées à base de jus ou de pulpe de mangue contenant entre 10 et 80 g de jus et de l'eau sucrée (sirop) contenant 20 à 120 g de sucres / L, et acidulée avec de l'acide citrique ou du jus de citron (0,25 à 0,6 % d'acide soluble), et légèrement acidifiée (Bouka et Malouala, 1987).

I.2.4 Les confitures.

Ce sont des concentrés de mangue enrichis en sucres. La concentration est effectuée par évaporation de l'eau au cours de la cuisson de la mangue. Le produit obtenu à la fin est très visqueux et se conserve longtemps à température ambiante (Duverneuil, 1989).

I.2.5 Les mangues séchées.

Le séchage apparaît actuellement comme la technique la plus efficace de conservation des mangues. En effet, la mangue fraîche se conserve moins de 10 jours à température ambiante, supporte mal la congélation et brunit sous réfrigération prolongée (Campbell et Campbell, 1983). Les études menées ces dernières années au Cameroun ont porté sur le développement des méthodes de préparation de mangues séchées à partir des variétés locales (mango) (Kameni *et al.,* 2004).

Des études antérieures ont montré que la mangue séchée peut être utilisée en laiterie (yaourt) et en confiserie (Dabhade *et* Khekar, 1980 ; Desmorieux, 1992), dans les préparations pour enfants enrichies aux mangues séchées et dans la préparation des compotes de mangue séchée (ABAC, 1997), dans la préparation des jus, des nectars, des crèmes et desserts (Besuchet et Pury, 1998). Au Cameroun, la préférence demeure la consommation à l'état frais ou sous forme de jus.

I.3 La mangue dans la lutte contre l'avitaminose A.

La mangue constitue une source de provitamine A. Sa consommation régulière pourrait contribuer à la lutte contre l'avitaminose A (FAO, 1998). Cette maladie se caractérise chez le sujet atteint par des troubles oculaires pouvant conduire à la cécité. D'après les statistiques de l'OMS (1995), plus de 250 millions d'enfants âgés de moins de 5 ans dans le monde sont exposés au risque de carence en vitamine A. Parmi ceux-ci, les enfants des pays en développement en général et d'Afrique en particulier sont les plus touchés. On estime que plus de la moitié des enfants des pays en développement d'âge préscolaire sont affectés (Bendech, 2002). Environ 3 millions d'entre eux sont atteints de manifestations cliniques oculaires, et une plus grande partie souffre de carences sub-cliniques. Chaque année 500 000 enfants dans le monde perdent totalement ou partiellement la vue (Bendech, 2002). En Afrique au sud du Sahara, un certain nombre d'enquêtes réalisées (**Tableau** 5) montrent que la carence en vitamine A est un grave problème de santé publique dans l'ensemble des pays pour lesquels les données sont disponibles. Selon l'OMS, 18 pays sur les 34 classés comme ayant un problème de déficit en vitamine A sont localisés en Afrique de l'ouest.

Tableau 5 : Prévalence clinique et sub-clinique estimée en 1995 dans les pays d'Afrique occidentale et centrale (OMS, 1995).

Pays	Prévalence clinique (%)	Prévalence sub-clinique (%)
Sierra Leone	3,4	40,3
Mali	2,8	36,0
Burkina Faso	1,6	26,9
Niger	1,4	25,1
Tchad	1,4	24,3
Libéria	1,3	23, 3
Mauritanie	1,0	20,5
Rép Centrafricaine	0,8	18,5
Congo	0,7	16,5
Nigéria	0,6	16,0
Congo (RD)	0,6	15,9
Côte d'ivoire	0,6	15,4
Togo	0,6	15,3
Bénin	0,6	15,2
Ghana	0,6	15,1
Sénégal	0,4	11,9
Cameroun	0,3	10,7

En Afrique occidentale francophone seulement, il est estimé que la carence en vitamine A contribue à 57 000 décès chez les enfants de 6 à 59 mois. De plus cette carence en vitamine A est la première cause de cécité dans les zones endémiques. Dans la plupart de ces pays, la xérophtalmie, forme sévère de la carence est courante dans la population. Il est estimé que les

enfants souffrant de déficit clinique sont au moins 20 fois plus nombreux que ceux présentant une xérophtalmie (Traoré, 1998). Plus de la moitié des pays déclarés comme ayant un déficit clinique sont localisés en Afrique au sud du Sahara. Une enquête réalisée au Cameroun par le ministère de la santé publique montre que l'avitaminose A est un problème de santé publique (Sibetcheu *et al.,* 1999).

I.4 Le broyage comme procédé d'obtention de poudre.

A l'origine la plupart des poudres étaient obtenue par fractionnement d'un solide. Depuis lors, les techniques de production se sont fortement diversifiées et permettent aujourd'hui d'obtenir une poudre à partir de n'importe quel produit qu'il soit minéral, végétal ou animal, solide ou liquide, de nature simple ou composite. Ces techniques reposent sur quelques grandes opérations unitaires dont les plus courantes en industrie alimentaire sont le broyage (Austin, 1973, Austin *et al.,* 1984, Berthiaux et Dodds, 1997), le séchage par atomisation (Morin *et al.,* 1995, Mourad *et al.,* 1995) et la cristallisation (Van Hook, 1969, Dirksen et Ring, 1991).

Ces opérations peuvent être mises en œuvre séparément, en combinaison (cristallisation suivie d'un broyage) ou associées à des opérations de tri, de mélange, d'agglomération ou d'enrobage. Par ailleurs, en fonction de la nature du matériau d'origine et des caractéristiques souhaitées pour le produit fini, chacune de ces opérations peut être effectuée par un appareil spécifique. Ainsi, l'opération de réduction de taille, communément appelée broyage, peut être réalisée sur des broyeurs à marteaux, à billes, à couteaux, à disques, à mortiers ou sur des appareils à cylindres (type meunerie) etc… (Kenmegne et Hardy, 1995). Cette double hétérogénéité, matériau d'origine et mode de production, conduit à l'obtention de poudres aux caractéristiques très différentes, que ce soit au niveau de la forme, de la taille, de la structure, de la composition ou des propriétés fonctionnelles. Cette extraordinaire diversité est mise à profit par les industriels de divers secteurs (agro-alimentaire, le bâtiment ou la chimie etc…), pour répondre de façon innovante aux exigences de plus en plus spécifiques de leurs clients.

I.4.1 Théorie de broyage et modélisation.

Le broyage est une opération de réduction de taille très ancienne. Aujourd'hui encore il se rencontre dans la plupart des procédés alimentaires. En Afrique subsaharienne il constitue toujours la méthode la plus utilisée pour la fabrication des poudres alimentaires. Plusieurs types d'équipements sont aujourd'hui proposés pour la réduction de la taille des aliments. C'est ainsi que l'on peut citer les désintégrateurs, les découpeurs, les éminceurs, les tamiseurs, les broyeurs. Quoique très utilisé, l'étude du broyage des aliment a fait l'objet de très peu de travaux comme

le souligne Chakkaravarthi *et al.,* (1993). Néanmoins, certains auteurs se sont intéressés à la modélisation du phénomène pour une optimisation du procédé en industrie. Le plus ancien modèle de prédiction et de dimensionnement de broyeur industriel a été formulé par Bond (1952, 1960). Plusieurs auteurs ont dès lors exploité ce modèle pour la caractérisation du broyage des carottes (Chakkaravarthi *et al.,* 1993), de la gomme karaya (Walde *et al.,* 1997), du blé (Walde *et al.,* 2002), du cumin (Goswami et Singh, 2003), de la noix de coco (Raghavendra *et al.,* 2005) et de quelques légumes (Indira et Bhattacharya, 2005). Une majeure partie des travaux actuellement effectués utilisent les constantes énergétiques de Bond pour évaluer l'aptitude au broyage des aliments.

Cependant, le modèle de Bond qui dérive du principe classique de l'énergie de broyage formulé par Austin (1973) a été critiqué par de nombreux auteurs (Austin *et al.,* 1984, Gurnt et Fuerstenan, 1970). Ces critiques portaient sur deux grands points : (1) le modèle ne prenait en considération que la taille granulométrique donnant droit à 80 % de particules broyées, (2) tout le procédé complexe de broyage était décrit par le seul indice énergétique de Bond (Wi). Certaines déficiences du modèle de Bond ont été corrigées dans le modèle de Herbst (1979) utilisant le principe d'équilibre des populations. Malgré les améliorations apportées, un certain nombre d'insuffisances ont été signalées dans le modèle de Herbst (AmLan, 2002). En effet, dans ce modèle phénoménologique la détermination de la fonction de distribution est effectuée avec des matériaux standardisés et dans des conditions opératoires prédéterminées. Pourtant il a été démontré que la fragmentation ne dépend pas de l'environnement et peut être normalisée en fonction de la classe granulométrique (Herbst et Fuerstenau, 1980; Herbst *et al.,* 1982). Par ailleurs, ce modèle permet seulement de relier la quantité de produits broyés à la taille granulométrique à travers une série de paramètres générés, mais ne permet pas de quantifier l'aptitude au broyage des produits ni de suivre instantanément l'évolution du rendement en fonction de la classe granulométrique. C'est ainsi que sont très rarement déterminées des constantes de broyabilité à même de donner une indication sur l'aptitude au broyage. La connaissance de ces constantes est pourtant indispensable à la maîtrise et à l'optimisation du procédé de broyage. D'autres modèles spécifiques ont par ailleurs été développés pour décrire le broyage de la viande (Kenmegné et Hardy, 1998) ou le broyage par commutation (Ren *et al.,* 2005; Kwade, 2004), mais ces modèles ne sont pas applicables aux mangues.

I.5 Généralités sur les poudres alimentaires.

Les poudres se rencontrent fréquemment dans la vie quotidienne, dans les ménages ou dans l'industrie. Elles sont d'origine naturelle et couvrent une large gamme d'utilisation. La littérature scientifique sur les poudres ne permet pas de limiter rigoureusement l'ensemble couvert par ce terme. Pour le dictionnaire encyclopédique Larousse (1979), une poudre peut se définir comme une substance solide finement broyée ou divisée. Cette définition, sans doute conforme à la vision du profane, ne correspond cependant qu'en partie à la réalité. En effet, le broyage est aujourd'hui loin d'être le seul mode d'obtention d'une poudre. L'AFNOR (1979) définit plus généralement une poudre comme un ensemble de particules habituellement inférieures au millimètre ; la particule étant elle même définie comme un fragment de matière solide individualisé dans une poudre par une technique d'observation ou de mesure donnée. Une distinction subtile est par ailleurs faite entre particule et élément particulaire (ou particule individuelle), qui correspond au plus petit fragment de poudre que l'on peut individualiser géométriquement par les méthodes microscopiques. L'élément constitutif d'une poudre apparaît alors soit comme une particule individuelle, soit comme un ensemble de particules : agrégat si la cohésion est d'ordre physicochimique, agglomérat si la cohésion est d'ordre physique ou mécanique (AFNOR, 1981). Brown et Richard (1970) distinguent les poudres (0,1 à 100 μm) des solides granulaires (100 à 300 μm). En agroalimentaire, les poudres sont bien souvent la forme stable de nombreux produits. Les études actuellement effectuées sur les poudres alimentaires couvrent un très large spectre allant de leur mode d'obtention à leurs propriétés d'usage en passant par leur caractérisation.

I.5.1 Altérations physicochimiques au cours de la préparation.

La préparation des poudres alimentaires fait intervenir des opérations unitaires susceptibles de modifier les caractéristiques biochimiques et physicochimiques du produit de départ.

I.5.1.1 Modifications biochimiques.

L'altération des produits alimentaires au cours de leur transformation en poudres peut se traduire par la perte des composés aromatiques, la modification de la pigmentation et la perte en vitamines A et C (Rozis, 1995). Le changement de couleur qui intervient lors de la transformation s'accompagne d'une perte d'arôme et d'odeur dont les causes sont la volatilisation des composés aromatiques à faible poids moléculaire lors du séchage ainsi que

l'odeur de « cuit » développée (Cheftel *et al.,* 1983). Ce phénomène est accéléré lors des traitements thermiques tels que la déshydratation, la pasteurisation et la cuisson (Cheftel *et al.,* 1983). En effet le brunissement non enzymatique peut résulter de la combinaison entre la lysine des protéines et les sucres réducteurs (Cheftel *et al.,* 1983). Il est d'autant plus intense que le produit est acide, riche en vitamine C, en sucres réducteurs et en protéines. Ces réactions entraînent l'altération de la couleur de la mangue et contribuent à la réduction de sa valeur nutritionnelle (Rozis, 1995 ; Bimbenet et Guiblot, 1966). En effet lors de ces réactions des acides aminés essentiels sont transformés en d'autres composés (aldols, furfurals…). Ceci réduit la bio digestibilité de ces acides aminés essentiels (Cheftel *et al.,* 1983).

I.5.1.2 Modifications physicochimiques.

Les modifications survenant au cours de la transformation des mangues sont de plusieurs types et ont des effets soit favorables, soit défavorables sur l'aliment. Parmi celles-ci on peut citer les modifications de couleur, d'odeur, d'arôme et de texture. Les modifications de couleur sont dues aux réactions de Maillard (brunissement non enzymatique) qui ont lieu dans les produits lors des traitements technologiques ou de l'entreposage (Cheftel *et al.,* 1983).

Les opérations de séchage et de broyage peuvent provoquer des modifications significatives de texture, de structure, de forme et de surface (Chamayou et Phage, 2003). Ces transformations peuvent s'expliquer par le fait que l'énergie apportée lors des opérations de broyage augmente l'énergie libre du matériau broyé qui peut alors se trouver activé. Le système devient alors transitoirement instable et l'énergie peut dans ce cas, se dissiper par le biais de transformations de nature physicochimique ou structurale (amorphisation, déformation plastique, agrégation, etc.). Les modifications d'ordre structural surviennent en grande partie lorsque la température devient supérieure à la température de transition vitreuse du produit (Genin et René, 1995 ; Roos, 1995).

D'autres phénomènes comme la cristallisation peuvent également intervenir au cours du séchage et du stockage des aliments à partir des formes solides amorphes ou des transformations d'une forme cristalline à l'autre. Plusieurs études se sont intéressées au phénomène de cristallisation de certains sucres à l'instar du lactose au cours de la conservation (Jouppila *et al.,* 1997 ; Stubberud et Forbes*.,* 1998 ; Guyomars *et al.,* 2000 ; Thomas *et al.,* 2004).

I.5.2 Caractéristiques physicochimiques des poudres.

L'amélioration des propriétés (organoleptique ou fonctionnelle) des poudres alimentaires est un enjeu industriel majeur. Cette amélioration passe obligatoirement par une connaissance accrue des caractéristiques des particules et par une définition précise de la notion de solide divisé. Cette tâche est cependant loin d'être évidente et présente 3 difficultés majeures :

⇒ La première de ces difficultés est liée à la nature même des pulvérulents. Une poudre est en effet un milieu polyphasique comprenant une phase solide (les particules), une phase gazeuse (l'air ou le gaz interparticulaire, ainsi que l'air ou le gaz occlus dans la particule) et une phase liquide (l'eau absorbée à la surface des particules par exemple). Ce désordre structurel fait d'eux des matériaux complexes dont le comportement oscille en permanence entre les trois états de la matière (Scher, 1998 b) :

⇒ La seconde difficulté est liée à la nécessité de caractériser à la fois la particule individuelle (caractéristiques primaires) et le lit particulaire (caractéristiques secondaires).

⇒ La troisième difficulté provient du fait que les poudres sont des produits évolutifs, dont les caractéristiques varient fortement en fonction des conditions opératoires.

La caractérisation d'une poudre repose par conséquent sur des connaissances pluridisciplinaires et le nombre des descripteurs potentiels est considérable. Tous ne présentent cependant pas la même importance. Seuls seront commentés les descripteurs intervenant dans l'étude.

I.5.2.1 Granulométrie et morphologie

Les travaux de Scher *et al.* (1998 a) ont montré que la granulométrie est le principal facteur influençant les propriétés rhéologiques des farines. De façon générale, les propriétés d'usage des poudres dépendent fortement de la taille, de la distribution de taille et de la forme des particules qui les composent. De nombreuses techniques permettent de déterminer la granulométrie et la morphologie des poudres. On peut ainsi citer le tamisage, les techniques de diffraction LASER et l'analyse d'image (Pons *et al.,* 1997). Le diamètre moyen d'une farine dépend de la technique mise en œuvre pour le mesurer et du mode de calcul utilisé (en nombre, en masse, en volume) (Baluais**,** 1998). Cette inconstance numérique trouve en général son explication dans :

- la définition retenue pour la taille (notion de sphère équivalente, Dodds, 1999) ;

- le mode de représentation des résultats sélectionnés (Baluais, 1998) ;

- la méthode de mesure adoptée (en 1994, l'IFTS répertoriait plus de 500 appareils différents) ;

- le type d'échantillonnage utilisé.

I.5.2.2 Propriétés rhéologiques.

L'écoulement d'une poudre alimentaire est une propriété essentielle pour sa manipulation en vrac. L'emboîtement, le mottage, l'amorphisation et la cristallisation sont des phénomènes conduisant généralement à un mauvais écoulement des poudres. On distingue trois types d'écoulement : l'écoulement en masse *(mass flow),* l'écoulement en entonnoir ou écoulement central *(funnel flow)* et l'écoulement mixte *(expeted flow)*. L'écoulement en masse est la forme d'écoulement généralement recherchée. Il se caractérise par un mouvement simultané des particules en tout point du silo. Ce mode d'écoulement possède l'avantage d'avoir un temps de séjour uniforme, un débit d'écoulement régulier et une masse volumique apparente constante et une absence de ségrégation. Des agents d'écoulement sont souvent apportés en faible quantité aux poudres pour améliorer leur aptitude à l'écoulement. Cependant ces agents d'écoulement ne sont pas toujours efficaces (Graindorge, 1992).

Les propriétés d'écoulement d'une poudre sont étroitement liées aux forces inter granulaires qui règnent au sein de la masse particulaire et qui conditionnent l'apparition des associations de particules (amas, agrégats et agglomérats), ainsi que l'adhérence au support (Pietsch, 1991). Ces forces sont classiquement réparties en cinq grands groupes allant des simples liaisons électrostatiques, jusqu'aux ponts liquides, en passant par les liaisons de type mécanique. L'intensité de ces forces est étroitement liée aux caractéristiques physicochimiques de la poudre (les interactions de type Van der Waals sont d'autant plus importantes que les particules sont de faible taille et de masse volumique réduite), mais également aux conditions extérieures que sont l'humidité relative du lieu de conservation (formation de ponts liquides), la température (fusions plus ou moins partielles du matériau) et le tassement (rapprochement des particules). Certaines liaisons apparaissent après de longues durées de conservation. Le temps de conservation est alors un facteur à prendre en compte dans l'étude de l'écoulement d'une poudre. D'autres facteurs comme la masse volumique (Gayot et Traisnel, 1984), la porosité, la granulométrie et la morphologie (Scher *et al.,* 1998 a ; Ilari, 1998 a, Ilari, 1998 b), la surface

spécifique (Provent, 1990), les propriétés de surface (Graindorge, 1992), le degré d'hydratation peuvent influencer l'écoulement d'une poudre.

Evaluer la coulabilité d'un pulvérulent est une entreprise complexe, qui dépend fortement du type de poudre testée (cohésive ou non) et du type d'écoulement que l'on veut étudier : écoulement gravitaire (vidange de silo) ou fluidisation (transport pneumatique). En 1965, Carr tente d'obtenir une vision plus globale du phénomène d'écoulement en regroupant au sein d'un même test plusieurs de ces méthodes comportementales et en synthétisant leurs résultats sous forme de deux indices : coulabilité (flowability Index) et l'aptitude à l'éboulement (floodability Index), caractérisant respectivement l'aptitude à l'écoulement gravitaire (vidange de silos) et l'aptitude à la fluidisation (transport pneumatique). Ces travaux ont depuis lors abouti à la réalisation d'un analyseur de poudres commercialisé par la société Hosokawa.

I.5.3 Propriétés d'hydratation.

L'hydratation d'une poudre peut être définie comme l'ensemble des interactions de celle-ci avec l'eau. La nature des interactions est fortement dépendante de l'état de l'eau. C'est ainsi qu'on parlera de sorption lorsque l'eau est sous forme vapeur et de reconstitution ou réhydratation lorsque l'eau est sous forme liquide. La réhydratation constitue également une étape importante dans la réutilisation des poudres alimentaires. L'étude de l'hydratation en phase vapeur des poudres alimentaires a fait l'objet de très nombreuses études (Le Meste *et al.,* 2002). Léwicki (1998) a suggéré la normalisation des paramètres d'évaluation de la réhydratation. C'est ainsi qu'il a proposé l'utilisation de la DHC (Dry matter Holding Capacity), de la WAC (Water Absorption Capacity) et de la RA (Rehydration Ability) pour l'étude de la réhydratation d'une poudre. Pour cet auteur la DHC permettrait de rendre compte du degré de dégradation tissulaire et de la perméabilité membranaire, tandis que la WAC permettrait d'évaluer le degré d'absorption d'eau par l'aliment. La RA représenterait le produit de la DHC et de la WAC. D'autres paramètres tels que la mouillabilité (aptitude à s'imbiber d'eau), la dispersibilité (aptitude à se dissocier en particules individuelles dans l'eau), l'immersibilité (aptitude à pénétrer dans l'eau), la solubilité (aptitude à se dissoudre dans l'eau) sont généralement utilisés pour évaluer la réhydratation des poudres laitières (Freudig, 1999).

Plusieurs techniques sont utilisées pour la mesure de l'hydratation des aliments. Parmi celles-ci on peut citer le farinographe (Miller et Kaslow, 1963, Unver et Mcdonald, 1976, Bombara *et al.,* 1997, Indrani *et al.,* 2000), l'appareil de Bauman (Rasper et Deman, 1980, Pilosof *et al.,* 1985, Bombara *et al.,* 1997, Lamiot *et al.,* 1998), la centrifugation (Yamazay,

1953, Sollars, 1973a, Quinn et paton, 1979, Rasper et Deman, 1980, Labuza et Lewicki, 1978, AACC, 1990 ; Seguchi *et al.,* 1997), la filtration (Kneifel, 1990, Kneifel, 1991, Lamiot *et al.,* 1998), l'ascension capillaire (Lewicki, 1978). Hardy (1999) distingue parmi ces techniques celles dépendant du pouvoir gonflant des particules et celle faisant référence à la conservation de l'eau au sein du matériau. Selon Labusa et Lewicki (1985) l'eau présente dans les produits hydratés est retenue dans l'aliment de deux manières :

- En interaction par liaison hydrogène ou par interactions dipolaires avec les macromolécules de l'aliment (dépend de la composition biochimique) ;

- Piégée par capillarité (dépend des propriétés physiques)

Les isothermes de sorption peuvent être utilisés pour la détermination de la capacité de sorption d'eau d'une poudre à une température donnée (Chen *et al.,* 1984, Elizade *et al.,* 1996). Comme dans le cas des capacités d'absorption d'eau, leurs valeurs dépendent principalement du pouvoir gonflant du produit (Hardy, 1999). Il convient cependant de relever que très peu de travaux existent dans la littérature scientifique pour ce qui est de l'étude de l'hydratation en phase liquide des aliments.

II : Matériel et méthodes

II.1 Echantillonnage.

La **Figure** 2 présente le schéma général de l'étude. Les expériences sont conduites sur des mangues de variété Kent, cueillies à maturité physiologique dans les vergers de Kismatari au Nord Cameroun. Pour l'obtention des pulpes, des opérations de parage (lavage, pelage et dénoyautage) sont effectuées sur des fruits conservés pendant environ 14 jours pour assurer la maturité commerciale.

L'étude est effectuée à partir des pulpes de mangue selon un dispositif factoriel 2x2 comprenant deux modes d'éminçage (lamelles, cossettes) et deux modes de traitement des pulpes (trempage en solution sucrée, témoin non trempé). L'éminçage des pulpes consiste en un tranchage en lamelles (environ 7 mm d'épaisseur, 8 cm de longueur et 2 cm de largeur) et en cossettes de taille plus réduite (environ7 mm d'épaisseur 2 cm de longueur et de largeur) à l'aide d'un couteau en acier inoxydable.

Une partie des pulpes émincées en lamelles et en cossettes est ensuite soumis à un traitement de Déshydratation Imprégnation par Immersion (D2I). La D2I consiste en un trempage pendant 4 h à 30 °C des pulpes à raison de 500 g/L dans une solution de saccharose à 50 ° Brix. Après le trempage, les mangues sont essorées et séchées à 55 °C jusqu'à poids constant dans un séchoir électrique à convection (*EMMERT D-91126, France)* d'après la méthode proposée par Kameni *et al.,* (2003). Ces opérations donnent lieu à l'obtention des mangues séchées codées LMS (Lamelles de Mangue Séchée), CMS (Cossettes de Mangue Séchée), LMDS (Lamelles de Mangue osmotiquement Déshydratée et Séchée), CMDS (Cossettes de Mangue osmotiquement Déshydratée et Séchée). Les mangues séchées obtenues sont ensuite broyées jusqu'à ce que l'encrassement soit amorcé. Une étude préliminaire de broyage a permis de constater que l'encrassement des mangues survient après une durée minimale de broyage d'environs 35 s.

Pour éliminer l'encrassement, les mangues séchées sont d'abord soumises à un broyage modéré de 35 s, puis à un second séchage dans les mêmes conditions que le premier (d'après Kameni *et al.,* 2003). Le premier broyage conduit à l'obtention des granules numérotés 1, 2, 3 et 4 et le séchage de ces derniers a permis l'obtention des granules de mangue séchée codés gA (granules obtenus par alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et éminçage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), gAED (granules obtenus par alternance de phase, éminçage et D2I). Après ces opérations une seconde étude de broyage est effectuée sur des granules de mangue pour déterminer les caractéristiques de broyage.

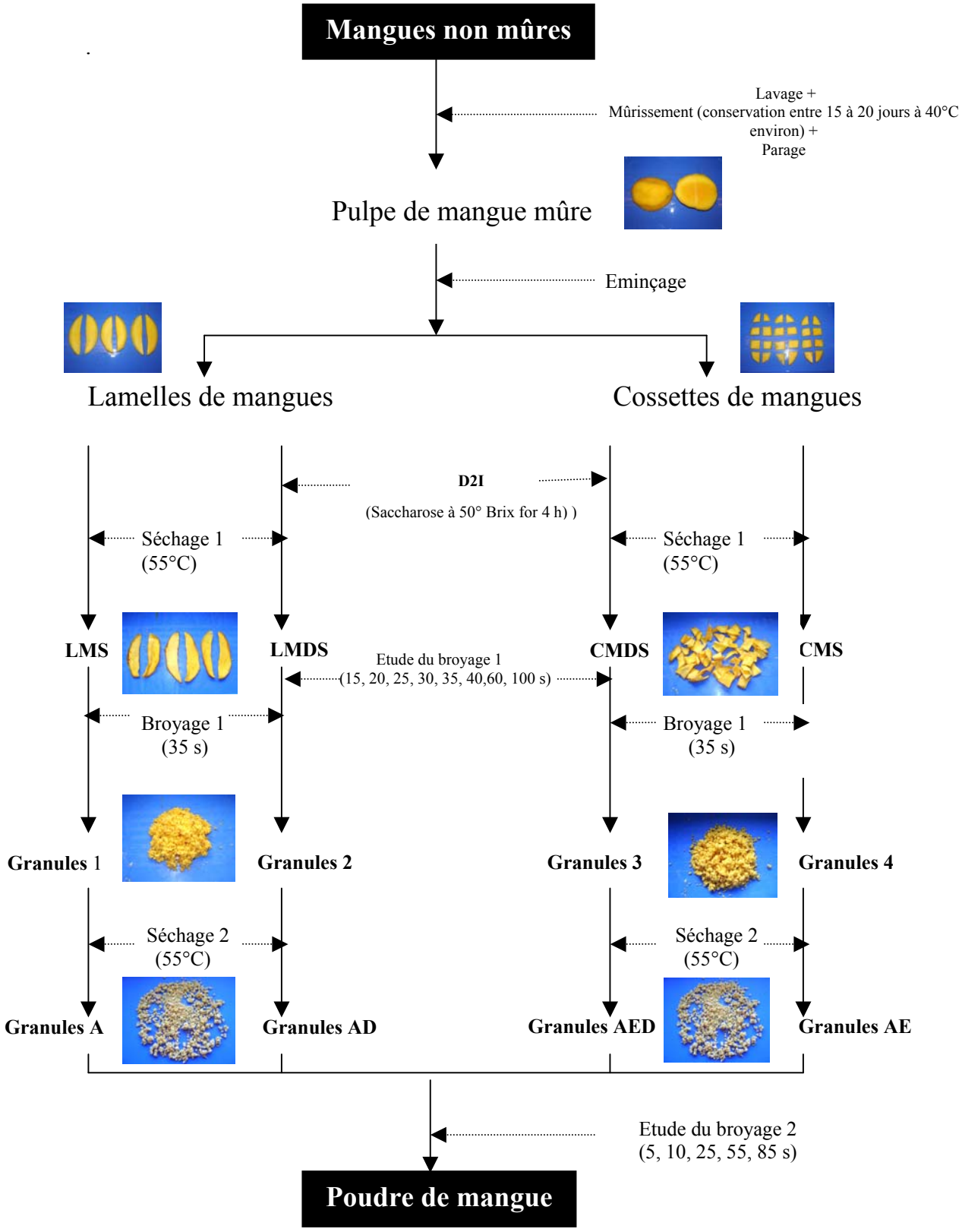


Figure 2 : Schéma général de l'étude. LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée), gA (granules obtenus par alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et émincage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), AED (granules obtenus par alternance de phase, émincage et D2I).

II.2 Etude du broyage

Le broyage est effectué en Batch pendant des temps de 15, 20, 25, 30, 35, 40, 60 et 120 s pour les mangues séchées (LMS, CMS, LMDS, CMDS) et de 5, 10, 25, 55 et 85 s pour les granules de mangue séchée (gA, gAE, gAD, gAED). Pour ce faire, 50 g d'échantillon provenant des différents traitements sont broyés à l'aide d'un broyeur à couteaux AFK SM 3.3 P et tamisés à l'aide d'un tamiseur équipé de tamis classés par mailles décroissantes de 3 ; 2 ; 1,4 ; 1 ; 0,5 ; 0,4 mm, une fréquence de vibration de 40 kHz et une amplitude de 2 mm. Le rejet de tamis obtenu dans chaque classe granulométrique (i) est pesé à l'aide d'une balance électronique (Denver Instrument Compagnie AL-300) et converti en fraction massique Φ_i de la quantité totale de broyat obtenu.

II.2.1 Caractéristiques de broyage

Les caractéristiques de broyage sont déterminées sur des broyats obtenus à l'issue du broyage des mangues et des granules de mangue séchée. Le rendement de broyage calculé représente le pourcentage de broyats de taille inférieure à 1 mm. Le diamètre moyen volume surface des particules (D_m) obtenues à l'issue du broyage est calculé d'après l'équation (1) basée sur les fractions massiques (McCabe *et al.,* 1993).

$$D_m = \sum_{i=1}^{n} \Phi i di \qquad \text{Eq} \quad (1)$$

(avec Φ_i la fraction massique pour la classe granulométrique i et $d_i = \frac{i_n - i_{n-1}}{2}$, la moyenne de taille entre deux tamis adjacents n et n-1).

La connaissance des diamètres moyens volumes surfaces (initiale et finale) et de l'énergie nécessaire pour broyer une unité de produit a permis de calculer l'indice énergétique de Bond (Wi) ainsi que les constantes de Bond, Kick et Rittinger d'après les équations (2), (3), (4), (5) (McCabe *et al.,* 1993).

''Work Index'' (Wi) $$W_i = \frac{K_b}{0{,}3162} \qquad \text{Eq.} \quad (2)$$

Loi de Bond $$E = K_b \left[\frac{1}{\sqrt{D_{m2}}} - \frac{1}{\sqrt{D_{m1}}} \right] \qquad \text{Eq.} \quad (3)$$

Lois de Kick $$E = K_k \ln\left[\frac{D_{m1}}{D_{m2}}\right]$$ Eq. (4)

Loi de Rittinger $$E = Kr\left[\frac{1}{D_{m2}} - \frac{1}{D_{m1}}\right]$$ Eq. (5)

(Ou K_b, K_k, K_r représentent respectivement les constantes de Bond, de Kick et Rittinger ; D_{m1} le diamètre moyen initial et D_{m2} le diamètre moyen final).

L'indice de Bond se définit comme étant l'énergie nécessaire pour broyer le produit d'une taille infiniment grande à des tailles telles que la totalité du produit puisse passer à travers un tamis de 100 µm.

II.2.2 Détermination de l'aptitude au broyage par modélisation

L'aptitude au broyage des mangues et des granules de mangues séchées est également déterminée par des constantes cinétiques de broyage générées d'un modèle développé dans cette étude.

II.2.2.1 Bases théoriques du modèle

Le broyage étant une opération de réduction de taille, le nombre de particules broyées augmente dans une classe granulométrique donnée au cours du temps. Des observations préliminaires ont permis de constater que, dans chaque classe granulométrique, la variation de la quantité de broyats au cours du temps suit une allure sigmoïdale. Pour cette raison, il est supposé que le broyage décrirait un mécanisme de la forme :

$$M + Mbi \xrightarrow{k} 2Mb$$

(Avec M et Mbi respectivement les quantités de mangues non broyées et les quantités de mangues broyées passant par un tamis de taille i en un temps t donné).

Si l'on suppose que $a_i = M + Mbi$ à chaque instant t, on aura $M = a_i - Mbi$. Selon le mécanisme de broyage formulé, la vitesse de broyage peut s'écrire :

$$\frac{dMbi}{dt} = k(M \times Mbi).$$

On peut ainsi en déduire que

$$\frac{dMbi}{dt} = k(a - Mbi) \times Mbi\,.$$

Cette équation peut être intégrée en supposant qu'au début du broyage la quantité de mangues broyées Mbi tend vers 0. On a alors :

$$\frac{dMbi}{dt} = k(a_i - Mbi) \times Mbi$$

$$\frac{dMbi}{(a_i - Mbi)xMbi} = kdt$$

$$\int \frac{dMbi}{(a_i - Mbi)} + \frac{dMbi}{Mbi} = \int kdt$$

$$-\ln(a_i - Mbi) + \ln Mbi = kt$$

$$-\ln \frac{(a_i - Mbi)}{Mbi} = kt$$

$$\ln(\frac{a_i}{Mbi} - 1) = -kt$$

$$\frac{a_i}{MGi} - 1 = e^{-kt}$$

$$Mbi = \frac{a_i}{1 + e^{-k(t)}}$$

Si l'on pose $k = \frac{1}{Kd}$ l'intégration conduit à l'équation :

$$Mbi = \frac{a_i}{1 + e^{-\frac{1}{K_d}(t)}}$$

(Où a_i est la masse de mangue broyée passant par un tamis de taille i, K_d la constante de broyage, t le temps et Mbi la quantité de mangue broyée).

Ce modèle suppose que la variation de la courbe de broyage commence à l'origine avec $Mbi = \frac{a_i}{2}$ à t = 0. Cependant, les observations expérimentales ont permis de constater que le temps correspondant à une quantité de mangue broyée égale à $\frac{a_i}{2}$ apparaissait avec un certain retard. En conséquence un nouveau paramètre de correction est introduit au modèle pour décrire ce retard. Cette correction conduit à l'équation suivante :

$$Mbi = \frac{a_i}{1 + e^{-\frac{1}{K_d}(t-\tau)}} \qquad \text{Eq. (6)}$$

Le temps t_{50} se définit comme le temps nécessaire pour broyer 50% de mangue séchée, par conséquent $t_{50} = \tau$. La quantité totale de mangue broyée durant un temps (t) est $Mb = \sum_{i=1}^{n} (Mbi_n - Mbi_{n-1})$ ou en terme de pourcentage $GY = \sum_{i=1}^{n} (GYi_n - GYi_{n-1})$. De façon globale, la quantité de mangue broyée en un instant t donné est donnée par l'équation :

$$GY = \sum_{i=1}^{i=n} \frac{(GY_{i_n} - GY_{i_{n-1}})}{1 + e^{-\frac{1}{K_d}(t-t_{50})}} \qquad \text{Eq. (7)}$$

Dans cette équation, (GY_i) serait la quantité maximale de mangue broyée passant par le tamis de taille i, K_d (constante de Djantou) la résistance du produit au broyage ou aptitude au broyage du produit. La constante K_d serait spécifique au produit broyé et donnerait une indication sur l'aptitude au broyage de celui-ci. Lorsque K_d est élevée, la quantité de mangue broyée (Mbi) est également élevée. Ainsi, une K_d élevée traduirait une aptitude au broyage élevée, tandis qu'une K_d faible traduirait une faible aptitude au broyage.

II.2.2.2 Validation du modèle

Les courbes sont tracées à partir des données expérimentales et du modèle théorique. Un logiciel Sigma Plot 8.02 est utilisé pour calculer les écarts entre les courbes théoriques et expérimentales en vue de valider le modèle. La constante de broyage $\mathbf{K_d}$ est déterminée pour

chaque échantillon et corrélée à ses caractéristiques de broyage (constantes de Bond, Kick et Ritinger, énergie de broyage et diamètre moyen).

II.2.3 Etude des modifications physicochimiques lors du séchage des granules.

Cette étude est conduite à partir des lamelles de mangue LMS. Pour ce faire, les pulpes lamellées sont séchées pour l'obtention des lamelles de mangue séchée. Les lamelles séchées sont ensuite pré broyées pour l'obtention des granules 1. Les granules sont séchés respectivement pendant 2, 4, 8, et 12 heures à l'aide d'un séchoir électrique *EMMERT D-91126* pour l'obtention des granules de mangue à différentes teneurs en eau (17,75 ; 16,67 ; 15,21 ; 13,29 et 12,79). Ces granules sont ensuite broyés chacun pendant 35 secondes. Le broyage est effectué sur 50 g de granules de mangue séchée à l'aide d'un broyeur à couteaux AFK SM 3.3 P. Les caractéristiques de broyage des granules sont ensuite déterminées comme décrit précédemment (Cf II.2.1). Pour étudier les modifications physicochimiques survenues dans les granules au cours du séchage, des analyses thermiques différentielles (ATD), d'Infra Rouge à transformée de Fourier (IRTF), de diffraction des rayons X (DRX) et de microscopie électronique à balayage (MEB) ont été effectuées sur des granules non séchés et sur des granules après 8 heures de séchage.

II.3 Détermination des caractéristiques physicochimiques des mangues.

II.3.1 Composition biochimique

La détermination de la composition biochimique a été réalisée sur la pulpe de mangue fraîche, la pulpe de mangue séchée, les granules de mangue séchée et la poudre de mangue préalablement conservés à – 18 °C jusqu'à leur utilisation.

II.3.1.1 Teneur en eau.

La teneur en eau est déterminée selon la méthode AACC (1990). Pour ce faire, la coupelle à vide est d'abord nettoyée, séchée et pesée (M_0). Après cela, la coupelle contenant l'échantillon (5g) est de nouveau pesée (M_1) puis placée à l'étuve à 105°C pendant 3 heures. Après ce temps de séchage, la coupelle est sortie de l'étuve, puis refroidie dans un dessiccateur (P_2O_5) avant d'être pesée (M_2) à nouveau. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais et la teneur en eau est donnée par la formule suivante :

$$TE = \frac{M1 - M2}{M1 - Mo}$$

II.3.1.2 Teneur en protéines.

La teneur en protéines totale est déterminée par la méthode AACC (1990). La teneur en azote est déterminée par titrimétrie, à l'aide de l'acide sulfurique 0,2 $mol.L^{-1}$, après minéralisation de 100 mg d'échantillon. La distillation est effectuée au moyen d'un appareil Kjeldhall semi-automatique (GERHARDT, Paris, France). La teneur en protéines totale est calculée en utilisant le facteur de conversion 6,25 (AACC 46-11A, 1990). Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.3 Teneur en lipides.

Elle est effectuée par différence de poids après extraction au soxhlet. Pour ce faire, les lipides contenus dans 2 à 3 g de poudre (emballée dans de petits sachets en papier filtre préalablement séchée 1 heure dans une étuve à 105°C et refroidie dans un dessiccateur) sont extraits durant 8 heures à l'hexane, à l'aide d'un soxhlet. Après extraction, les sachets contenant les poudres délipidées sont séchés environ 1 heure dans une étuve puis pesés. La teneur en lipides représente la différence de poids du sachet avant et après l'extraction. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.4 Teneur en sucres totaux et en sucres réducteurs

Les glucides des différents extraits sont quantifiés par la méthode au phénol (Dubois *et al.,* 1956).

Pour l'extraction des sucres réducteurs, 5 g d'échantillon de mangue délipidés ont portés à ébullition dans 50 mL d'eau distillée bouillante. Le mélange obtenu est finement broyé, trituré et filtré après ajout de 10 à 20 mL d'eau bouillante. Le filtrat est complété au trait de jauge. Ce volume contient tous les sucres simples, solubles et réducteurs (pentose, aldose et cétose).

Pour l'extraction des sucres totaux, 0,5 g d'échantillons sont introduits dans un tube à essai contenant 0,5 mL d'acide sulfurique 12 N, laissés 1 heure à température ambiante, puis porté à ébullition pendant deux heures dans un bain marie. Après ces opérations, 5,5 mL d'eau distillée, 10 mL d'éthanol à 70%, 0,5 mL de sulfate de zinc (2 g / 100 mL), et 0,5 mL de ferrocyanure de potassium (10,6 g / 100 mL) sont ajoutés. Le mélange est ensuite filtré dans une fiole de 50 mL et le volume ajusté au trait de jauge.

Le dosage est effectué de façon identique pour les sucres totaux et réducteurs. Pour cela, 0,2 mL de la solution à doser est mélangés à 1mL de phénol (5%) et 5 mL de H_2SO_4 concentré dans un tube à essai. Après 10 min. de repos à température ambiante, l'ensemble est

bien homogénéisé puis porté dans un bain d'eau maintenu à 30°C pendant 20 min. La densité optique (DO) de la coloration orangée développée est lue au spectrophotomètre à 485 nm contre un blanc (exempt d'échantillon) préparé dans les mêmes conditions.

La quantité de glucides des échantillons est déterminée en faisant référence à une gamme étalon de glucose (10 mg/100 mL). Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.5 Teneur en amidon.

La teneur en amidon est déterminée suivant la norme AFNOR (1982). Pour cette analyse, 250 mg d'échantillon sont introduits dans un tube à essais avec 50 mL d'éthanol (80 %), agités pendant 20 min. à température ambiante (20°C) puis centrifugés pendant 5 min. à 3 000 g. Le surnageant est éliminé et le culot soumis à la procédure précédente deux fois. Le culot de centrifugation est par la suite récupéré et solubilisé en y introduisant 2 mL d'eau et 50 mL de NaOH 0,5 M sous agitation constante à 60 °C pendant 30 min. Le pH du mélange est ensuite ajusté à 4,7± 0,1 avec de l'acide acétique (96%). Après avoir placé le mélange réactionnel à 90 °C, 1 mL de la solution d'α amylase (10mg/mL) est ajouté et le mélange laissé sous agitation constante pendant 30 min. Après refroidissement, la solution est filtrée et le dosage du glucose effectué suivant la méthode de dubois. Pour s'assurer que les étapes d'hydrolyse sont bien conduites, un échantillon d'amidon témoin d'origine connu (mais normal) est analysé dans les mêmes conditions que l'échantillon à doser. Les résultats exprimés (g / 100 g) représentent la moyenne de quatre essais.

Le pourcentage en masse d'amidon dans l'échantillon rapporté à la matière sèche est égal à :

$$\%amidon = \frac{0{,}9 \times c \times d}{m \times 100(100 - TE)}$$

- où 0,9 est le facteur de conversion du glucose en amidon
- c la masse en mg du glucose
- d le facteur de dilution
- m la masse en mg de la prise d'essai
- TE la teneur en eau de l'échantillon.

II.3.1.6 Teneur en amidons endommagés.

La teneur en amidons endommagés est déterminée de la même manière que celle de l'amidon à la seule différence que l'hydrolyse est effectuée à l'aide de l'amyloglucosidase (10 mg/mL) à 60 °C au lieu de l'α amylase (10 mg/mL).

II.3.1.7 Teneur en pectines.

Elle est effectuée selon la méthode normée AOAC (1984). Pour l'extraction des pectines, 25 g d'échantillon sont introduits dans un Erlen de 250 mL contenant 175 mL d'eau. Le mélange scellé est recouvert et porté à ébullition pendant une heure puis laissé à refroidir pendant 30 min. Après refroidissement, le mélange est filtré et le volume du filtrat complété au trait de jauge. Un prélèvement de 10 mL de la solution précédemment préparée à laquelle sont ajoutés 75 mL d'éthanol, est porté à ébullition pendant 15 min dans un bain marie, puis laissé à refroidir à température ambiante. Le mélange est centrifugé pendant 10 min. à 2 000 g, puis filtré à travers un papier whatman millipore de 0,45 µm. Le résidu de filtration est à nouveau centrifugé après ajout de 75 mL d'éthanol à 63 %. Après centrifugation, le résidu pectique obtenu est dissout par adjonction de 30 mL de NaOH 0,05 N et transféré dans une fiole de 100 mL. Le volume est alors complété jusqu'au trait de jauge après ajout de 5 mL de NaOH 1N et le mélange laissé à reposer 15 min. avant le dosage.

Le dosage des pectines est réalisé en introduisant 0,2 mL de l'extrait précédant dans un tube en Pyrex (15 x 180 mm) et le mélange placé dans un bain de glace pendant 5 min. Ensuite, 1,2 mL de la solution de H_2SO_4/tétra borate (0,0125M de tétra borate dans l'acide sulfurique concentré) y est introduit puis l'ensemble est homogénéisé au vortex et placé à nouveau dans un bain de glace pendant 15 min. La solution a été ensuite chauffée au bain marie bouillant pendant 10 min. et refroidie pendant 15 min. dans un bain de glace. Le mélange est à nouveau homogénéisé au vortex après ajout de 20 µl de meta-hydroxydiphénil / NaOH 0,05N.

Une lecture de la densité optique est effectuée à 525 nm. La teneur en pectine est calculée en utilisant un étalon préparé à partir d'une solution D-Galacturonique de concentration connue. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.8 Teneur en cendres.

Elle est déterminée suivant la norme officielle AACC (1995) par minéralisation de 3 à 5 g de poudre (contenus dans des creusets en porcelaine préalablement séchés) dans un four NAGAT (Tignac, France). Le creuset de minéralisation à vide est d'abord nettoyé, séché et pesé

(M_0). Le creuset contenant le produit humide (3 à 5g) est de nouveau pesé (M_1) et placé à l'étuve à 105 °C pendant 3 heures. Après séchage, la coupelle est sortie de l'étuve, puis refroidie dans un dessiccateur (P_2O_5) avant d'être pesée (M_2). Une fois pesé, le creuset est introduit dans le four à 550 °C pendant environ 6 h, refroidi dans le dessiccateur et pesé à nouveau. La teneur en cendres est la masse de produit restant dans le creuset après minéralisation rapportée à la masse sèche totale du produit. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.9 Teneur en β carotène.

La teneur en β carotène est déterminée par HPLC suivant la méthode de Mercadante *et al.,* (1997). L'extraction du composé est réalisée à l'aide d'un mélange équimolaire d'éther éthylique et d'éther de pétrole (1/1, V/V) sur des poudres délipidées à l'aide d'une solution de KOH (10%). L'injection est effectuée de façon isocratique à l'aide d'un échantillonneur *Waters™717 plus Auto sampler*. La phase mobile (acetone-éther de pétrole 30%) est pompée à une vitesse de 1 mL/min. à l'aide d'une pompe *Waters 510 HPLC Pump*. La colonne utilisée est une colonne KS-2546-C18.5. Les molécules de β carotènes sont révélées à l'aide d'un détecteur *Waters™ 996 plus Photodiode Array Dédector* et les données automatiquement analysées par un logiciel intégré *Millennium 2010 Option PPA*. Les teneurs en β carotène des poudres sont calculées en utilisant un étalon de β carotène standard. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.11 Teneur en vitamine C.

La méthode employée est celle utilisant le 2-6 dichlorophenol indophénol (Tomohiro *et al.*, 1990). Une prise d'essai de 1 g est pesée et mélangée à 5 mL d'acide acétique 10 %, puis le mélange ajusté à 50 mL dans une fiole jaugée avec la solution d'acide acétique. L'ensemble est ensuite homogénéisé puis filtré immédiatement. Un volume de 10 mL de cet extrait est introduit dans un bécher et titré avec une solution de 2, 6 DCPIP (0,1 %) d'indophénol jusqu'à apparition de la couleur rose persistante, puis le volume A noté. Un dosage témoin est opéré en utilisant de l'eau distillée à la place de l'extrait à doser. Des essais effectués à partir des gammes étalons ont permis de corréler la teneur en vitamine C et le volume d'indophénol équivalent. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais. La teneur en vitamine C exprimée en mg / 100 g de produit, est donnée par la formule ci-après :

$$Qc(mg/100g) = \frac{(A-B)\times C\times VT\times 100}{Vi\times S}$$

Où A = volume en mL de la solution de 2-6 DCPIP utilisée pour l'essai.

B = volume en mL de la solution d'indophénol utilisée pour le blanc.

C = masse en mg d'acide ascorbique équivalent à 1 mL de solution standard.

S = masse de la prise d'essai

VT = volume total de l'échantillon

Vi = volume de la prise d'essai.

II.3.1.12 Teneur en Sodium, magnésium, potassium et calcium.

Les teneurs en K, Na, Ca, Mg des poudres sont déterminées par spectroscopie d'absorption atomique à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique *AAS 1100 (Perkin-Elmer)* alimenté par une flamme air acétylène (Perking-Elmer, 1976). Pour ce dosage, 1g de cendres obtenues par minéralisation est solubilisé dans 10 mL d'acide chlorhydrique et complété à 100 mL avec de l'eau distillée. Les mesures effectuées sont comparées à celles des étalons réalisés pour chaque cation. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

II.3.1.13 Pourcentage de pertes.

Pour évaluer les pertes de constituants biochimiques occasionnées par le procédé de fabrication de poudre, la composition biochimique des poudres est comparée à celle des pulpes de mangue fraîche. Le pourcentage de perte calculé représente pour chaque composé la différence entre sa teneur dans la pulpe et sa teneur dans la poudre pour 100 g de produit.

II.3.2 Modifications physicochimiques lors du séchage de granules de mangue

II.3.2.1 Infra rouge à transformé de Fourier (IFTR).

Les analyses d'IFTR sont effectuées au Laboratoire d'Environnement et de Métallurgie (LEM-Nancy). Les spectres sont réalisés avec un spectromètre à transformé de Fourier *(Brüker IFS 55)* dans le moyen infrarouge (entre 4000 et 400 cm^{-1}). Le détecteur utilisé est de type DTGS (Sulfate de TriGline Deutérée). Une accumulation de 200 spectres est réalisée par échantillon avec une résolution spectrale de 2 cm^{-1}. Les échantillons sont dilués dans des pastilles de KBr (transparentes aux infrarouges), dans les proportions de 1 à 2 mg d'échantillon pour 150 mg de KBr. Les spectres FTIR obtenus sont traités à l'aide d'un logiciel *OPUS NT 3.2 de Bruker.* La première étape du traitement est la soustraction du spectre de la vapeur d'eau et

du signal du CO_2 atmosphérique. Les spectres de vapeur d'eau sont mesurés à différentes pressions relatives. Les spectres soustraits en vapeur d'eau sont directement exploités pour l'indexation des pics. Les spectres sont alors lissés (Algorithme de Savitzkg-Golay, coefficient de lissage : 9), corrigés en ligne de base, puis normalisés.

II.3.2.2 Diffraction des rayons X (DRX)

Les analyses de diffraction des rayons X sont effectuées au LEM-Nancy. Les diffractogrammes sont réalisés sur des granules de mangue non séchée et des granules de mangue séchée pendant 8 h à l'aide d'un diffractomètre Jobin YVON Sigma 2080 opérant en réflexion et utilisant un rayonnement $K_{\alpha 1}$ du cuivre dont la longueur d'onde est 1,5406 °A. Les mesures de diffraction sont effectuées sur 50 mg de poudre déposés sur un porte - échantillon vertical.

II.3.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB).

Les observations au microscope électronique à balayage sont effectuées au laboratoire de chimie minérale à la faculté des sciences et techniques (UHP Nancy 1, Vandoeuvre-les-Nancy). Les poudres à analyser sont fixées sur un ruban adhésif double face monté sur un support. Une couche de carbone de 10 nm suivi d'un mélange or/palladium est déposée à la surface des particules de poudre pour les rendre conducteurs. L'observation microscopique des poudres est réalisée sous vide secondaire (environ 10^{-5} torr) par rétro diffusion des électrons secondaires au moyen d'un microscope électronique à balayage *Hitachi S2500, (Japon)* opérant à une accélération de 17 KV.

II.3.2.4 Analyses thermiques différentielles (ATD)

Ces analyses sont réalisées sur des granules de mangue non séchée et des granules de mangue séchée pendant 8 h. L'analyse est effectuée sur des quantités de poudre comprises entre 10 et 15 ±0,1 mg d'échantillon dans un calorimètre différentiel Perkin-Elmer, modèle Pysis 1 (Perkin-Elmer, 1980), commandé par le logiciel Pyris 1. L'appareil est calibré avec de l'indium et du cyclohexane. Une étude préalable par cycle de refroidissement et chauffage entre – 60 et 150°C, à la vitesse de 1 °C.min^{-1}, a conduit à la détermination des conditions de l'étude. Les poudres sont alors maintenues 5 min. à – 20 °C, puis chauffées de – 20 à 150 °C à la vitesse de 5 °C/min. Les températures de transition vitreuse éventuelles sont calculées par dérivation de la courbe représentant le flux énergétique.

II.3.3 Propriétés physiques

II.3.3.1 Répartition granulométrique des poudres.

La distribution granulométrique des poudres est déterminée par voie humide à l'aide d'un granulomètre LASER *Mastersizer S (Malvern Instruments, Orsay, France)*. Les échantillons sont dispersés dans de l'éthanol 95 % avec une obscuration comprise entre 20 et 30 %. La suspension est mise en circulation à travers une lentille traversée par un faisceau LASER. Le faisceau LASER, issu d'un tube à gaz Hélium néon, possède une agitation de 2 000 tours.min-1, une puissance de 5 mW et une longueur d'onde de 632,8 nm. L'alignement du faisceau LASER et la mesure du bruit de fond sont effectués dans l'éthanol. La taille des particules est calculée à partir des données brutes provenant de l'unité optique à l'aide d'un logiciel Siser Sv2.17. Six mesures par dispersion sont réalisées à une minute d'intervalle.

II.3.3.2 Morphologie des poudres

Elle a consisté en la détermination des paramètres morphologiques des poudres (Pons *et al.,* 1999). Les particules sont observées à l'aide d'un microscope optique *Leitz Dialux* 20 et d'une Caméra CCD monochrome reliés à une carte d'acquisition *MATOX*. Près d'une centaine d'images sont effectuées par échantillon, chaque image contenant au moins 5 particules. La gestion de l'acquisition est effectuée à l'aide d'un logiciel *visilog 5 (Noesis, les Ulis, France)*. Après prétraitement des images, la surface (S) de la silhouette, le diamètre équivalent (Deq), les diamètres de Ferret maximal (Fmax) et minimal (Fmin), les facteurs d'allongement Fmax/Fmin et Fmax/Deq, la circularité (circ) , la robustesse (R) et l'indice de plus grande concavité (PCG), de chaque particule sont calculés. Les résultats présentés pour chaque descripteur sont les moyennes des mesures effectuées sur près de 700 particules.

II.3.3.3 Couleur des poudres.

La colorimétrie consiste en un ensemble de méthodes permettant de quantifier la couleur de façon objective. L'espace chromatique L*a*b* a été défini par la Commission Internationale de l'Eclairage (CIE). Dans le système L*a*b*, a* représente la balance vert - rouge, et b* la balance bleu – jaune et L* la luminance. De même, une valeur positive de a* et b* correspond à un mélange de jaune et de rouge dont l'intensité relative dépend des valeurs de a* et de b*. Les paramètres de couleur L*a*b* des poudres sont déterminés sur une surface de 21 cm^2 à l'aide d'un colorimètre *Chromameter CR210 (MINOLTA France S.AD., Carrières-sur-Seine)*. Les mesures sont effectuées sur des échantillons de poudre répartis dans des boites de pétri

transparentes. Après une calibration de l'appareil avec des étalons noirs et blancs, la cellule de l'appareil est directement appliquée sous la boite de pétri contenant la poudre pour effectuer la mesure. Les résultats représentent la moyenne de 3 mesures.

II.3.3.4 Activité de l'eau des poudres

L'activité de l'eau est déterminée à 20 °C à l'aide d'un hygromètre *Thermoconstanter TH200 Novasina (Suisse)*. L'appareil est calibré à l'aide de 7 sels d'aw connue fournie par le constructeur. Pour mesurer l'a_w des poudres de mangue, 1 g d'échantillon est introduit dans une cellule de mesure étanche jusqu'à l'équilibre. Des capteurs présents à l'intérieur de la cellule mesurent la variation de la pression partielle de l'enceinte. L'état d'équilibre est automatiquement décelé par l'appareil et correspond à une stabilisation des mesures de pression partielle. En général cette stabilisation intervient au bout d'environ 3 heures.

II.3.3.5 Isotherme d'adsorption de vapeur d'eau des poudres.

L'isotherme d'adsorption de vapeur d'eau de la poudre est déterminé (à 20 ± 0,5 °C) pour des a_w comprises entre 0,11 et 0,95 (Greenspan, 1977) par gravimétrie selon la méthode des microclimats. Une addition de 0,2 $g.L^{-1}$ d'azide de sodium est effectuée pour éviter la croissance microbienne pour les humidités relatives supérieures à 0,8. Les échantillons sont pesés jusqu'à l'état d'équilibre, et leur teneur en eau est déterminée à l'équilibre par étuvage suivant la norme AACC 44615A. Chaque point des isothermes est dupliqué et les résultats exprimés représentent la moyenne des deux essais.

II.3.3.6 Rhéologie des poudres.

Les paramètres rhéologiques sont déterminés à l'aide d'un testeur de poudre *Hosakawa Micron Powder Tester PT-R (Hosakawa, Japon)* équipé d'un logiciel pour la conduites des expériences et l'acquisition des données. Les indices rhéologiques sont calculés à partir des tables d'Hosokawa fournies par le constructeur. Les analyses sont effectuées sur les poudres, puis les échantillons de poudre séparés en deux classes granulométriques l'une constituée des particules de taille inférieure à 0,4 mm (1) et l'autre, constituée des particules de taille comprise entre 0,4 mm et 1 mm (2). La séparation est effectuée à l'aide de deux tamis de maille respective 0,4 et 1.

II.3.4 Propriétés de réhydratation des poudres.

II.3.4.1 Obtention des cinétiques de réhydratation par Ascension capillaire.

Les mesures de capacité d'hydratation des poudres sont effectuées par ascension capillaire tel que préconisé par Lamiot *et al,* (1998). Une masse de 180 mg de poudre est disposée dans un tube cylindrique (diamètre = 10 mm), fermé à une extrémité par un verre fritté. L'extrémité du tube est mise en contact avec de l'eau dé-ionisée (résistivité = 18 MΩ.cm) qui monte progressivement dans la colonne de poudre. La prise de masse correspondant à l'eau absorbée est mesurée en fonction du temps par un tensiomètre assisté par ordinateur (KSV Sigma, 70). La capacité d'hydratation calculée représente la quantité d'eau maximum absorbée ramenée au poids de la poudre et exprimée en grammes d'eau pour 100 g de matière sèche.

II.3.4.2 Obtention des cinétiques de réhydratation par granulométrie LASER.

La granulométrie LASER est utilisée pour déterminer la variation de la taille des particules en solution. L'évolution de la distribution granulométrique des poudres est déterminée par voie humide à l'aide d'un granulomètre LASER *Mastersizer S (Malvern Instruments, Orsay, France).* Les échantillons sont dispersés dans de l'eau avec une obscuration comprise entre 20 et 30 %. La suspension est mise en circulation à travers une lentille traversée par un faisceau LASER. Le faisceau LASER, issu d'un tube à gaz Hélium néon, possédait une agitation de 2 000 tours.min^{-1}, une puissance de 5 mW et une longueur d'onde de 632,8 nm. L'alignement du faisceau LASER et la mesure du bruit de fond sont effectués dans de l'eau. La taille des particules est calculée à partir des données brutes provenant de l'unité optique à l'aide d'un logiciel Siser Sv2.17. Six mesures par dispersion sont réalisées à une minute d'intervalle. L'acquisition des données est effectuée par intervalle de 5 secondes pendant 60 min.

II.3.4.3 Obtention des cinétiques de réhydratation avec un réacteur instrumenté.

La mesure de l'évolution de la conductivité, de la turbidité et du pH au cours du temps est utilisée pour évaluer la solubilité des poudres de mangue dans l'eau. Les essais sont effectués à l'aide d'un réacteur comprenant une cuve à doubles parois d'une capacité de 2 L et d'un module d'agitation *(Lightnin Labmaster-Mixer, Axflow, France*) composé de 6 pales (R 100 impeller ; 8 cm de diamètre). Pour obtenir les cinétiques de réhydratation, 3 g de poudre sont introduits dans la cuve sous agitation (400 trs/min.) contenant 1 L d'eau distillée. La température de l'enceinte est calibrée par un flux d'eau relié à un bain-marie. Des sondes reliées au réacteur permettent de déterminer en fonction du temps la valeur du pH (*pH- mètre PHM210-Stetard Radiometer analytical SAS, France* muni d'une électrode *à pH pHC3101*) de

la conductivité (*conductimètre CDM210* muni d'une sonde de conductivité CDC749 à deux pôles platinés *Radiometer Analitycal, France* de 4 mm de diamètre) et de la turbidité (*turbidimètre NEP160 Mc Van Instruments, Mulgrave, Australie*). Les différents capteurs sont reliés à un data logger effectuant l'acquisition des données. Ces données sont analysées par ordinateur équipé d'un logiciel *AMRWinControl-Version 3.01* pour centrale Almemo. Les courbes d'hydratation représentées sont la moyenne de trois essais.

II. 3.4.4 Obtention des cinétiques de réhydratation avec un rhéomètre équipé d'un système ''vanne''.

La variation de la viscosité de la poudre en solution est effectuée à l'aide d'un rhéomètre (*Stress Tech de Rheologica*, *France*) équipé d'un cylindre de 18 mL et d'une vanne d'agitation formée d'une pale à angle droit. Le calibrage de l'appareil est réalisé à partir des solutions étalons de viscosité connue (5,02 ; 9,88 et 49,70 mPa.s.) (Brookfields Standard de viscosité, Middleboro, U.S.A). Après ces opérations, une quantité de 10 mL d'eau est introduite dans le cylindre et thermostatée à 20 °C. Pour stabiliser les valeurs de la viscosité, l'agitation est effectuée les 60 premières secondes sur de l'eau distillée à l'aide de la pale avec une vitesse de cisaillement 100 s^{-1}. Au bout d'environ une minute, la poudre est versée en totalité et en une fraction de seconde dans la cuve à raison de 0,3 mg/mL. Un logiciel intégré à l'appareil permet d'obtenir automatiquement et simultanément la variation en Pa/s de la viscosité au cours du temps. La viscosité des solutions est suivie pendant 300 s et les résultats présentés correspondent à la moyenne de 3 essais.

II.3.2.11 Analyses statistiques

Les résultats exprimés représentent la moyenne de 3 à 4 essais. Les analyses statistiques ont consisté en une analyse de variances multiple (ANOVA) et la comparaison des moyennes (test de Duncan) à l'aide d'un logiciel STATGRAPHIC 3 PLUS. Des Analyses en Composantes Principales (ACP) sont effectuées à l'aide d'un logiciel Stat Box pour visualiser les corrélations entre les poudres en rapport avec le procédé de production.

III : Résultats et discussion

III.1 Caractérisation biochimique des échantillons

La composition biochimique (éléments majeurs) de la pulpe de mangue fraîche, des mangues séchées et des granules de mangue séchée est représentée dans le **Tableau** 6.

Tableau 6 : Composition* en éléments biochimiques majeurs des mangues et des granules de mangue séchée.

Caractéristiques	Pulpe fraîche		Etape	Traitements			
				Lamelles		Cossettes	
				D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
Eau (g / 100g)	78,85±3,15 [a]		MS	14±0.42[c]	17.75±1.20[b]	12.83±1.09[e]	15.46±0.24[d]
			GS	6,50±0,15 [g]	8,2±0,28 [f]	7,5±0,35 [i]	8,9±0,36 [h]
Protéines (g / 100g)	(0,86±0,16)**	4,09±0,15 [a]	MS	2,77±0,03 [b]	3,79±0,06[a]	3,12±0,01 [b]	4,05±0,01 [a]
			GS	3,13±0,00[b]	3,97±0,11 [a]	3,42±0,02 [b]	4,03±0,03 [a]
Lipides (g / 100g)	(0,32±0,48)**	1,57±0,44 [a]	MS	1,34±0,23 [a]	1,58±0,15 [a]	1,42±0,29 [a]	1,65±0,45 [a]
			GS	1,44±0,13 [a]	1,75±0,23 [a]	1,40±0,36 [a]	2,15±0,47 [a]
Sucres totaux (g / 100g)	(16,39±0,16)**	77,50±0,97 [a]	MS	82,84±8,74 [b]	76,72±2,0[a]	81,94±2,51 [b]	77,55±1,47 [a]
			GS	81,38±5,27 [b]	75,06±2,65 [a]	81,03±3,14 [b]	78,13±4,57 [a]
Sucres réducteurs (g / 100g)	(11,56±1,16)**	54,69±2,09 [a]	MS	34,17±3,22 [b]	53,62±1,52 [a]	32,18±1,56 [b]	53,30±5,05 [a]
			GS	33,01±2,14 [b]	52,01±2,56 [a]	33,08±1,67 [b]	51,98±0,3 [a]
Amidon (g / 100g)	(0,34±0,04)**	1,61±0,06 [a]	MS	1,69±0,48 [a]	1,61±0,20 [a]	1,60±0,03 [a]	1,63±0,07 [a]
			GS	1,67±0,22 [a]	1,60±0,09 [a]	1,65±0,08 [a]	1,62±0,27 [a]
Pectine (g/ 100g)	(2,07±0,16)**	9,79±0,19 [a]	MS	8,17±2,08 [a]	8,78±1,20 [a]	8,60±2,77 [a]	9,45±2,46 [a]
			GS	8,28±0,05 [a]	9,04±0,02 [a]	8,43±0,25 [a]	8,40±0,98 [a]
Cendres (g/ 100g)	(0,53±0,16)**	2,54±0,12 [a]	MS	2,03±0,86 [b]	2,53±0,03 [a]	1,99±0,09 [b]	2,58±0,58 [a]
			GS	1,46±0,34 [b]	2,97±0,5 [a]	1,95±0,16 [b]	2,35±0,42 [a]

n=16, dans une même ligne, les moyennes possédant les mêmes lettres ne sont pas significativement différentes (P<0,05). *Exprimé en % de la matière sèche ; *Exprimé en % de la matière humide ; MS=mangue séchée ; GS=granule de mangue séchée.

Les résultats montrent que la mangue fraîche, les mangues séchées et les granules de mangue séchée possèdent une teneur en lipides, en amidon et en pectines similaire. Le procédé technologique n'a pas d'influence significative (P>0,5) sur la teneur des éléments biochimiques pré cités.

L'élimination de l'eau de la pulpe de mangue représente l'objectif premier des opérations d'éminçage et de la D2I. Les résultats obtenus (tableau 6) montrent une influence significative (P< 0,05) aussi bien du tranchage que de la D2I sur la teneur en eau. En général les lamelles ont une teneur en eau plus élevé que les cossettes et les mangues n'ayant pas subi un traitement de D2I (LMS, CMS, gA, gAE) ont une teneur en eau plus faible que celles l'ayant subi (LMDS, CMDS, gAD, gADE). La réduction de la taille améliore le procédé de séchage et facilite l'élimination d'eau. C'est ainsi que l'élimination d'eau est d'autant plus significative (P<0,05) lorsque le séchage est opéré sur les granules. On observe alors une variation de la teneur en eau après le séchage de près de 50 %. D'autres travaux effectués sur le séchage des produits alimentaires montrent que les prétraitements d'éminçage ou l'association de la déshydratation osmotique (D2I) au séchage par convection contribuent à réduire le temps de séchage ainsi que la teneur en eau des aliments en général et des mangues en particulier (Jiokap *et al.,* 2001; Saliha *et al.,* 2005).

Bien que la D2I joue un rôle important dans l'élimination de la teneur en eau, elle présente l'inconvénient de modifier la teneur de certains constituants biochimiques à l'instar des sucres, des protéines et en minéraux. Les résultats montrent en effet que les mangues ayant subi un traitement de D2I possèdent une teneur en protéines, en sucres réducteurs, en cendres plus faible et une teneur en sucres totaux plus élevée que les mangues n'ayant pas subi de traitement de D2I. Des phénomènes de diffusion occasionnés par la D2I seraient à l'origine des différences observées. Les teneurs, en protéines, en sucres réducteurs, en sucres totaux, en cendres, en lipides, en amidon et en pectines des mangues LMS, CMS, LMDS et CMDS sont similaires à celles des granules gA, gAE, gAD et gAED respectivement. La transformation des pulpes de mangue en mangues séchées ne modifie en général que leur teneur en eau, en sucres, en protéines et en cendres, tandis que la transformation des mangues séchées en granules de mangue séchée modifie essentiellement leur teneur en eau. Les différences de composition biochimique induites par l'éminçage et la D2I entre échantillons de mangues pourraient se traduire par des modifications de leur aptitude au broyage.

III.2 Etude du broyage des mangues séchées.

Il est question dans cette partie de déterminer l'aptitude au broyage des mangues et de voir comment celle-ci est influencée par les prétraitements d'éminçage et de D2I utilisés pour la préparation des échantillons.

III.2.1 Caractérisation de l'aptitude au broyage des mangues.

Le **Tableau** 7 présente l'évolution du diamètre moyen (D_m) des mangues séchées au cours du broyage. Le broyage des mangues se traduit par une réduction de D_m approximativement de 42 fois (80-1.895 mm), 13 fois (20-1.512 mm) 58 fois (80-1.388 mm) et 18 fois (20-1.133 mm), respectivement pour LMS, CMS, LMDS, CMDS après 30 secondes de broyage. La plus petite taille de particules est obtenue avec CMDS. En général le diamètre moyen D_m des mangues après 35 s de broyage est supérieur à ceux rapportés dans la littérature pour d'autres produits alimentaires (**Tableau** 8) (Raghavendra *et al.,* 2004, Walde, 1997). Pour tous les échantillons broyés, le D_m finale des mangues est > à 1mm et témoigne de l'obtention de granules plutôt que de poudre dans les broyats analysés.

Tableau 7 : Evolution du diamètre moyen D_m des mangues séchées au cours du broyage.

Caractéristiques (mm)		Traitements			
		Lamelles		Cossettes	
		D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
	MS*	LMDS	LMS	CMDS	CMS
D_{m15}		1,769+0,117	2,225+0,124	1,710+0,106	2,010+0,127
D_{m20}		1,575+0,114	2,024+0,114	1,399+0,079	1,788+0,102
$D_{m\ 25}$		1,448+0,119	1,949+0,113	1,216+0,080	1,612+0,091
D_{m30}		1,388+0,120	1,895+0,114	1,133+0,104	1,512+0,085
$D_{m\ 35}$		1,348+0,121	1,916+0,111	1,013+0,127	1,474+0,077

* MS : mangues séchées ; D_m : Diamètre moyen volume surface, LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée), (15, 20, 25, 30, 35 temps de broyage).

Tableau 8 : Caractéristiques de broyage de quelques aliments.

Aliments	D_m	W_i	K_b	K_r	K_k	**Références**
Noix de coco	0,313	0,17	0,065	0,047	0,022	Raghavendra *et al.,* 2004
Gum karaya	0,34 - 0,758	0,214 - 0,103	0,384-0,577	0,054- 0,07		Walde, 1997
Maïs	0,358 - 0,522	0,081- 0,282				Velu *et al*, 2005

Wi : énergie consommée par le broyeur ; D_m : diamètre moyen volume surface des broyats ; K_b, K_k, K_r respectivement constantes de Bond, de Kick et Rittinger

L'énergie de broyage par unité de matière W_i, les constantes de Bond (K_b), Kick (K_k) et Rittenger (K_r) des mangues séchées après 30 secondes de broyage sont représentées dans le **Tableau** 9. Ces constantes indiquent l'énergie nécessaire au broyage. On peut alors constater une diminution de l'énergie nécessaire au broyage pour les mangues émincées et/ou osmotiquement déshydratées. Les mangues CMDS possèdent l'énergie de broyage la plus faible.

Tableau 9 : Caractéristiques de broyage de mangues séchées.

Caractéristiques		Traitements			
		Lamelles		Cossettes	
		D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
	MS*	LMDS	LMS	CMDS	CMS
Teneur en eau (g/100g)		14±0.4	15.5±0.3	12.8±1	15.5±0.3
GY (%)*		57.4±1	44.6±0.7	86.9±0.9	25.3±1.4
Wi (kWh/kg)		0.50	0.60	0.35	1.20
K_b (kWh/kg)		0.10	0.20	0.15	0.40
K_k (kWh/kg)		0.06	0.07	0.04	0.13
K_r (kWh/kg)		0.03	0. 15	0.02	0.30

MS* : mangue séchées ; GY : rendement donné pour les particules de taille <2 mm ; LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée).

Les différences observées dans la consommation énergétique au cours du broyage seraient liées à la teneur en eau des mangues. On observe en général qu'une réduction de la teneur en eau des mangues se traduit par une réduction des constantes de broyage D_m, Wi, K_b, K_k. Ces observations sont confortées par l'étude de régression linéaire qui montre une corrélation positive et significative ($R^2 > 0,95$; $P< 0,01$) entre les caractéristiques de broyage D_m, Wi, K_b, K_k et la teneur en eau des mangues (**Tableau** 10). Des observations similaires ont été effectuées par certains auteurs sur d'autres produits alimentaires (Miller *et al.,* 1981, Chakkaravarthi, 1993, Walde, 1997, Walde *et al.,* 2002). Tout comme le diamètre moyen, l'énergie de broyage des mangues telle que donnée par Wi, K_b, K_k et K_r est supérieure à celles rapportées dans la littérature pour d'autres produits alimentaires (**Tableau** 8) (Walde *et al.,* 1997; Raghavendra *et al.,* 2004 ; Velu *et al*, 2005). Cette différence peut également être expliquée par les teneurs en eau (14-17,75 %) des mangues par rapport à ces produits (< 10 %). Ces deux composés induiraient l'encrassement des mangues et augmenteraient par conséquent la demande énergétique au cours du broyage.

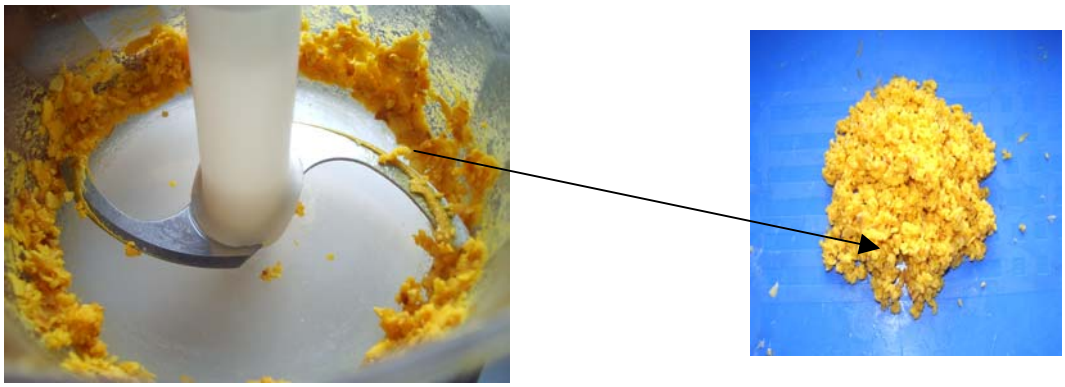
Tableau 10 : Equation de régression entre la teneur en eau et les caractéristiques de broyage.

Constantes de régression	Caractéristiques de broyage				
	$D_{m\,(mm)}$	W_i (kWh/kg)	K_b (kWh/kg)	K_r (kWh/kg)	K_k (kWh/kg)
a	0,14	0,17	0,05	0,07	0,05
b	-0,74	-1,9	-0,60	-0,18	-0,72
R^2	0,98	0,95	0,95	0,95	0,95
*P**	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005

(Wi : énergie consommée par le broyeur, Dm : diamètre moyen volume surface des broyats, K_b, K_k, K_r respectivement constantes de Bond, de Kick et Rittinger, a : pente de l'équation de régression, b : ordonnée à l'origine) ; P* : seuil de probabilité (<0,05 ; <0,01 ; <0,001).

III.2.1.1 Influence des prétraitements sur le temps d'encrassement.

Les résultats expérimentaux ont permis de constater que le broyage conduit plutôt à la formation d'une pâte qui bloque les lames du broyeur (**Figure** 3).



A B

Figure 3 : Blocage des lames lors du broyage des mangues séchées (A) et formation de pâte (B).

Ce phénomène qui se produit durant le broyage, s'avère être un facteur limitant qui rend difficile le broyage des mangues mures séchées. Des difficultés similaires attribuées à la transition vitreuse des sucres ont été signalées lors du séchage par pulvérisation de certains produits comme les jus de fruits (Busin *et al.* 1995, Busin *et al.* 1996). Au lieu d'une poudre, on obtient soit un sirop visqueux adhérant aux parois de la tour, soit une poudre instable qui motte très rapidement. Tsourouflis *et al.* (1976) ont expliqué le collage des poudres par une théorie dite « de la viscosité amorphe », selon laquelle la variable critique du collage est la viscosité du produit. Le temps d'encrassement a été défini et déterminé pour chaque échantillon de mangue séchée. Il représente le temps à partir duquel la pâte commence à se former. Trois groupes alors ont été identifiés en fonction du temps d'encrassement : (1) LMS et CMS, (2) LMDS, (3) CMDS. Ce temps est de 35, 60, 120 secondes pour les groupes 1, 2 et 3 respectivement et correspond à une prolongation du broyage au delà de 25, 40 et 60 s (**Figure** 4). On constate alors que l'apparition de l'encrassement est retardée lorsque les mangues ont été préalablement émincées et/ou osmotiquement déshydratées. La diminution de la teneur en eau serait à l'origine des différences observées dans les trois groupes. En effet la teneur en eau des mangues séchées sans D2I est d'environ 18 % tandis qu'elle est d'environ 15 et 13 % pour les mangues séchées avec D2I et respectivement tranchées en lamelles et en cossettes. Une corrélation négative et exponentielle ($R^2 = 0.99$) a été établie entre la teneur en eau et le temps d'encrassement (**Figure** 5).

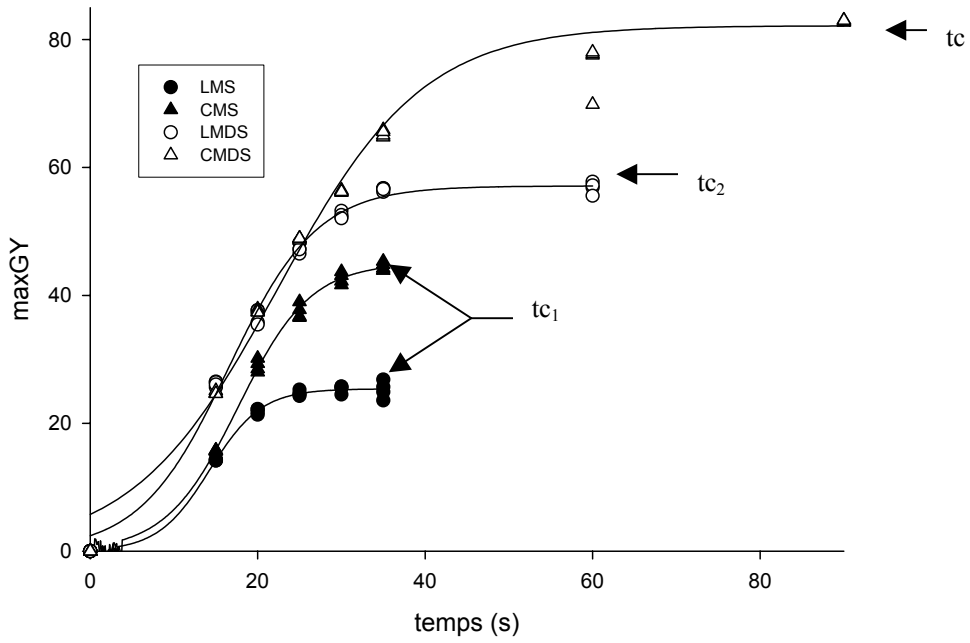


Figure 4 : Influence des prétraitements sur le temps d'encrassement. (les rendements sont représentés pour les particules de taille < 2mm), $t_{c\ 1, 2, 3}$ = Temps d'encrassement. LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée), maxGY : rendement maximal de broyage.

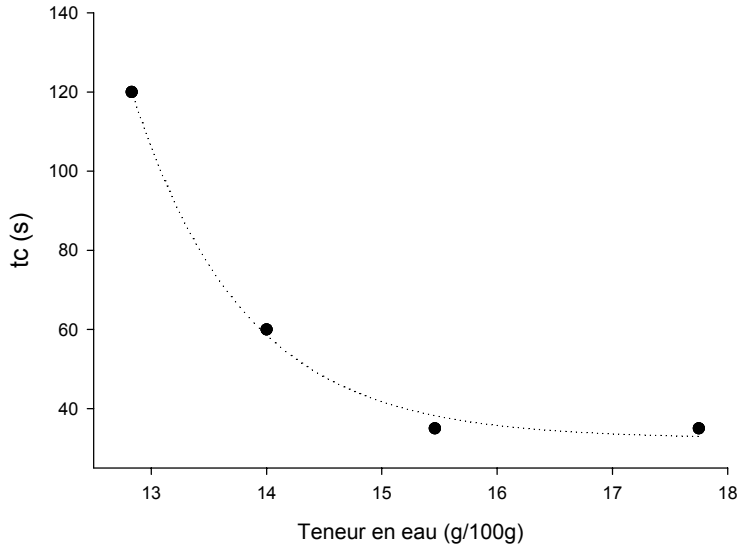


Figure 5 : Corrélation entre la teneur en eau des mangues et le temps d'encrassement (tc)

III.2.2 Cinétique de broyage

La **Figure** 6 représente les cinétiques de broyage des mangues séchées. Les résultats montrent que le rendement de broyage augmente rapidement durant les 30 premières secondes de broyage et tend à se stabiliser par la suite.

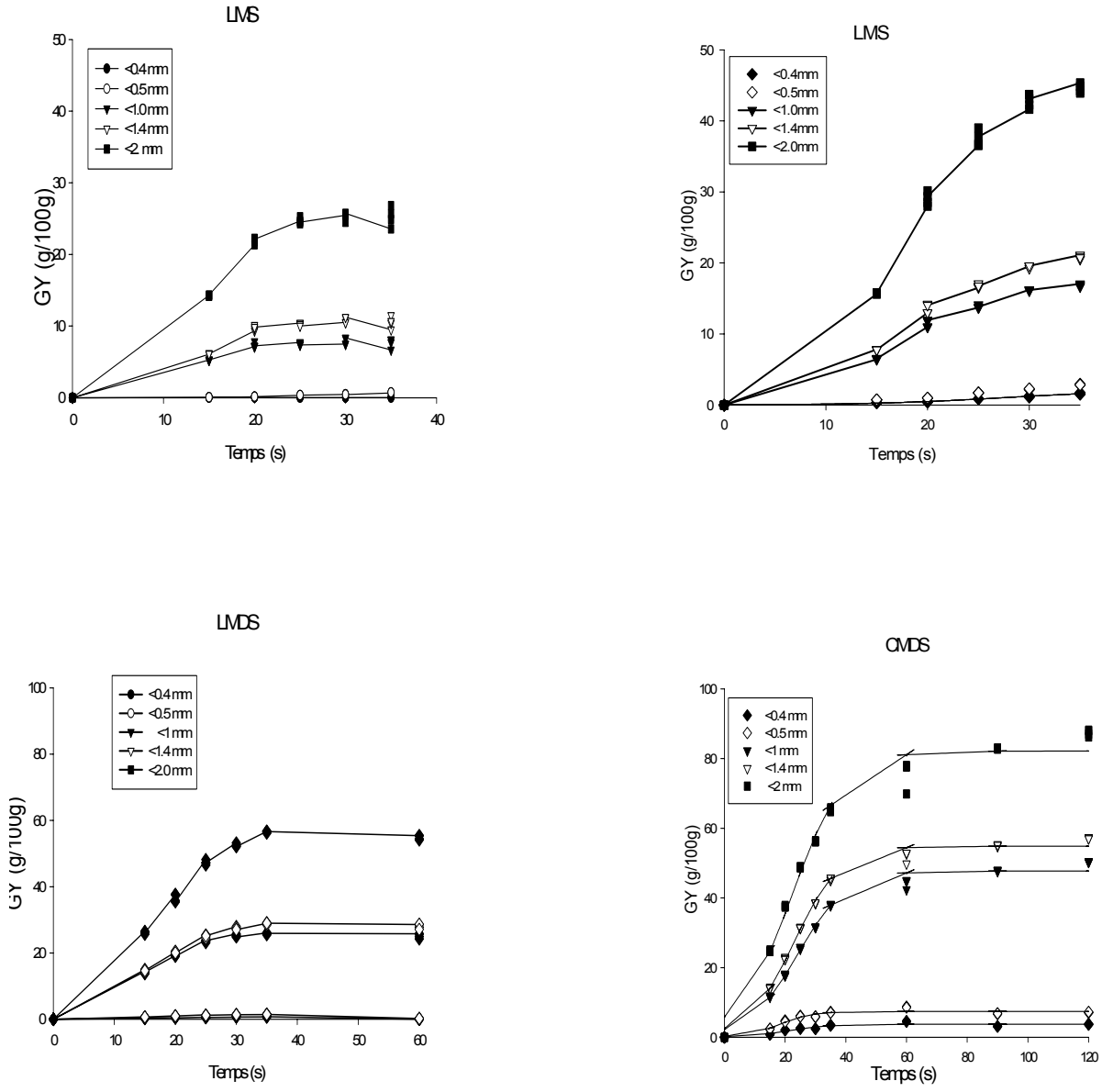


Figure 6 : Cinétique de broyage des mangues séchées. LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée).

Pour toutes les mangues broyées, les particules se retrouvent majoritairement groupées autour des tailles de 2, 1 et 0.5 mm. Les prétraitements influencent significativement le rendement de broyage ($P<0,01$). Après 30 secondes de broyage, le rendement est de 8,08±0,65 ; 16,84± 0,17 ; 25,89± 0,26 et 50,28± 0,09 % (particules <1mm) respectivement pour les mangues LMS, CMS, LMDS et CMDS. Le rendement de broyage est le plus élevé lorsque les mangues sont émincées et/ou déshydratées avant le séchage.

III.2.2.1 Modèle cinétique de broyage des mangues.

Les courbes théoriques obtenues à partir du modèle sigmoïdal développé dans cette étude (Eq. 6) peuvent être visualisées sur la **Figure** 7. Les cœfficients de détermination R^2 du modèle pour chaque traitement sont > 0,99. Cette corrélation élevée montre que l'équation Eq. (6) peut être utilisée pour décrire le broyage des mangues séchées. Une corrélation positive et significative ($P>0,05$) a permis de montrer que la constante a_i est égale à la quantité maximale de mangue broyée maxGYi (**Figure** 8). En conséquence les Eq. (6) peuvent s'écrire :

$$GYi = \frac{\max GYi}{1 + e^{-\frac{1}{K_d}(t - t_{50})}}$$

Les constantes (a_i), (k_d) et (t_{50}) générées pour chaque échantillon broyé sont rassemblées (**Tableau** 11) ainsi que l'écart entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales. Les résultats montrent que l'éminçage et la D2I ont une influence significative ($P<0,05$) sur les valeurs de maxGY et K_d ($P<0,001$). Les valeurs les plus élevées de maxGY (82,18 %) et de K_d (8.02) sont obtenues pour les mangues tranchées en cossettes et ceux pour lesquelles la D2I est associée au séchage. Il est à noter que les valeurs de K_d des mangues CMS et LMDS sont deux fois supérieures à celles des mangues LMS et que la valeur K_d des mangues CMDS est également deux fois supérieure à celle des mangues CMS et LMDS.

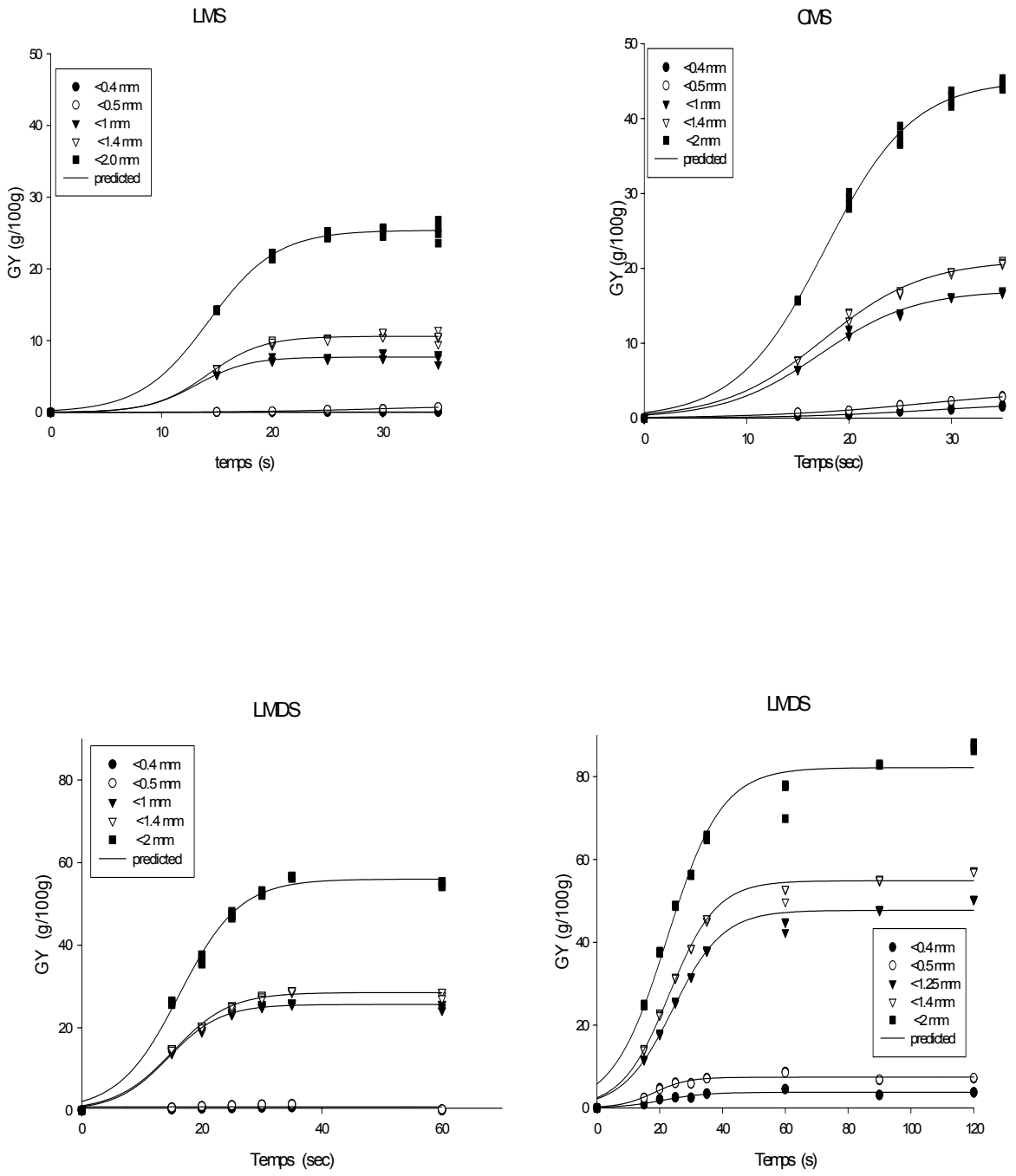


Figure 7 : Cinétique de broyage des mangues séchées. LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée).

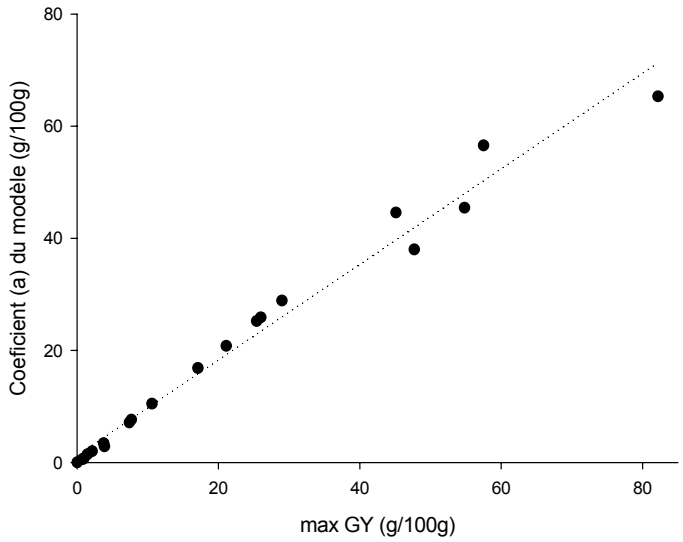


Figure 8 : Relation entre la constante (a) du modèle et le rendement maximal de broyage (max GY) (R^2=0,99).

Tableau 11 : Constantes de broyage des mangues séchées générées par le modèle.

constantes	Taille des particules	Traitements				R^2	P<*
		Lamelles		cossettes			
		D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I		
		LMDS	LMS	CMDS	CMS		
$a_{i\ (g\ /100g)}$	< 2mm	45,1±0,4 [a]	25,4±0,2 [b]	82,2±0,1 [c]	57,5±1,0 [d]	0,99	0,001
	< 1,4 mm	21,1±0,3 [a]	10,6±0,2 [b]	54,9±0,5 [c]	29,0±0,4 [d]	0,99	0,01
	< 1mm	17,1±0,3 [a]	7,7±0,1 [b]	47,8±0,5 [c]	26,3±0,3 [d]	0,99	0,01
$K_{d\ (s)}$	< 2mm	4,3±0,2 [a]	3,1±0,2 [b]	8,7±0,5 [b]	5,4±0,3 [a]	0,99	0,01
	< 1,4 mm	4,9±0,3 [a]	2,5±0,3 [b]	7,5±0,3 [c]	5,0±0,3 [a]	0,99	0,001
	< 1mm	4,6±0,3 [a]	2,3±0,6 [b]	7,9±0,4 [c]	4,5±0,3 [a]	0,99	0,01
$t_{50\ (s)}$	< 2mm	17,7±0,2 [a]	14,3±0,2 [b]	22,4±0,5 [c]	16,6±0,3 [a]	0,99	0,001
	< 1,4 mm	17,6±0,3 [a]	14,2±0,3 [b]	23,0±0,3 [c]	15,2±0,3 [d]	0,99	0,01
	< 1mm	17,2±0,8 [a]	13,2±0,5 [b]	24,3±0,4 [c]	14,6±0,2 [d]	0,99	0,001

*seuil de probabilité (<0,05 ; <0,01 ; <0,001), LMS (lamelles de mangue séchée), CMS (cossettes de mangue séchée), LMDS (lamelles de mangue déshydratée et séchée), CMDS (cossettes de mangue déshydratée et séchée).

Ces résultats montrent que chaque traitement double l'aptitude au broyage des mangues séchées et que l'association des deux traitements quadruple l'aptitude au broyage des mangues. L'utilisation de K_d apparaît de ce fait comme une bonne approche pour comparer l'aptitude au broyage des mangues. Contrairement à K_d, t_{50} semble ne pas être significativement influencé par le mode de prétraitement des échantillons ($P>0.05$).

III.2.2.2 Corrélation entre le modèle proposé et les modèles énergétiques de broyage.

Les constantes caractéristiques de Bond de Kick et de Rittinger et les diamètres moyens volumes surfaces ont été corrélés à la constantes K_d du modèle par une équation de régression linéaire. Les résultats montrent (**Tableau** 12) qu'il existe une corrélation négative entre les constantes du modèle et le D_m, l'énergie de broyage et les constantes de Bond, de Rittinger et de Kick.

Tableau 12 : Equation de régression linéaire entre la constante de broyage K_d et les caractéristiques de broyage

Paramètre de corrélation	Caractéristiques de broyage				
	$D_{m\,(mm)}$	W_i (kWh/kg)	K_b (kWh/kg)	K_r (kWh/kg)	K_k (kWh/kg)
a	-0,199	-0,123	-0,042	-0,030	-0,0011
b	2,12	1,36	0,432	0,33	0,025
R^2	0,98	0,90	0,90	0,75	0,96
*P**	NS	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05

Wi : énergie consommée par le broyeur, D_m : diamètre moyen volume surface des broyats, K_b, K_k, K_r respectivement constantes de Bond, de Kick et Rittinger, a : pente de l'équation de régression, b : ordonnée à l'origine, P* : seuil de probabilité (<0,05 ; <0,01 ; <0,001) ; NS : non significatif.

Ces corrélations significatives entre la constante K_d du modèle proposé et ceux des modèles préexistants, confirment bien que ce modèle peut être utilisé pour décrire le broyage des mangues séchées. Ces corrélations ont permis de mettre en relation le modèle sigmoïdale

développé dans cette étude et les modèles de Bond (Eq. 8), Rittinger (Eq. 9) et de Krick (Eq. 10).

$$GY = \sum_{i=1}^{i=n} \frac{(\max GY_{i_n} - \max GY_{i_{n-1}})}{1 + \exp^{\alpha_1 \frac{\frac{1}{E}}{\ln\left[\frac{1}{\sqrt{L_n}} - \frac{1}{\sqrt{L_{n-1}}}\right]} (t - t_{50}) + \beta_1}} \qquad \text{Eq. 8}$$

$$GY = \sum_{i=1}^{i=n} \frac{(\max GY_{i_n} - \max GY_{i_{n-1}})}{1 + \exp^{\alpha_2 \frac{\frac{1}{E}}{\ln\left[\frac{1}{L_n} - \frac{1}{L_{n-1}}\right]} (t - t_{50}) + \beta_2}} \qquad \text{Eq. 9}$$

$$GY = \sum_{i=1}^{i=n} \frac{(\max GY_{i_n} - \max GY_{i_{n-1}})}{1 + \exp^{\alpha_3 \frac{\frac{1}{E}}{\ln\left[\frac{L_{n-11}}{L_n}\right]} (t - t_{50}) + \beta_3}} \qquad \text{Eq. 10}$$

Où α_1, α_2, α_3 et $\beta 1$, $\beta 1$, $\beta 1$ réprésentent les coefficients de corrélation entre la constance K_d et les constantes de Bond, Kick et Rittinger pour les mangues séchées. Ces modèles relient la distribution de population, le rendement de broyage, l'énergie de broyage et la taille des particules.

III.2.3 Conclusion partielle.

L'application des prétraitements d'éminçage et de D2I aux mangues avant le séchage multiplie par quatre leur aptitude au broyage. L'amélioration du broyage induit par ces prétraitements se caractérise par une augmentation du rendement de broyage, une réduction de l'énergie nécessaire au broyage et de la taille finale des particules issues du broyage. La variation de la taille des broyats au cours du temps obéit à un modèle sigmoïdal. La meilleure aptitude au broyage est obtenue avec les cossettes de mangue osmotiquement déshydratées et séchées. Ces cossettes possèdent par ailleurs la valeur de K_d la plus élevée, la plus faible consommation d'énergie et la taille la plus réduite des particules. Une corrélation linéaire significative et parfaite existe entre la constante de broyage K_d et les constantes énergétiques de Bond, de Kick et de Rittinger. De nouveaux modèles sont proposés pour relier la distribution de population, le rendement de broyage, l'énergie de broyage et la taille initiale et finale des

particules. L'émincage et l'association de la D2I au séchage constituent une alternative pour l'amélioration du comportement au broyage des mangues. La réduction de la teneur en eau que ces prétraitements occasionnent apparaît comme l'élément facilitateur du broyage. On pourrait de ce fait penser que les granules de mangue séchée qui possèdent une teneur en eau plus faible que les mangues séchées se prêtent mieux au broyage.

III.3 Etude du broyage des granules de mangue séchée.

Les prétraitements (émincage, D2I) et l'Alternance de Séchage et de Broyage ASB sont deux approches utilisées pour la préparation des granules de mangue. Ces approches sont combinées dans le but de réduire davantage la teneur en eau des mangues. Dans cette partie de l'étude, l'influence des deux approches combinées sur l'aptitude au broyage des mangues est étudiée.

III.3.1 Caractérisation de l'aptitude au broyage des granules séchés.

Le **Tableau** 13 montre en fonction du temps de broyage, la variation du diamètre moyen D_m des granules. Le broyage des granules se traduit par une réduction du D_m approximativement de 5,6 fois (2,01 – 0,35 mm), 4,9 fois (1,64 - 0,33 mm) ; 4,8 fois (1,58 - 0,32 mm) et de 3,1 fois (1,01 - 0,32 mm), respectivement pour LMS, CMS, LMDS, CMDS. Après 15 secondes de broyage le diamètre moyen des mangues ne varie plus. Ce temps peut alors être considéré comme le temps utile de broyage des granules de mangues.

Tableau 13 : Evolution du diamètre moyen D_m des granules de mangue séchée en fonction du temps de broyage.

Caractéristiques (mm)	Traitements			
	Lamelles		Cossettes	
	D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
GS*	gAD	gA	gAED	gAE
Dm_0	1,6+0,10[a]	2,01+0,10[b]	1,01+0,10[c]	1,6+0,20[a]
Dm_5	1,13+0,10[c]	0,55+0,10[d]	0,44+0,08[d]	0,44+0,10[d]
Dm_{10}	0,5+0,48[d]	0,37+0,20[e]	0,34+0,08[e]	0,34+0,09[e]
Dm_{15}	0,35+0,10[e]	1,36+0,10[e]	0,33+0,10[e]	0,33+0,08[e]
Dm_{25}	0,33+0,10[e]	0,36+0,10[e]	0,33+0,127[e]	0,33+0,07[e]
Dm_{35}	0,32+0,10[e]	0,35+0,20[e]	0,36+0,08[e]	0,33+0,09[e]

***** Granules séchés (GS), gA (granules obtenus alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et émincage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), AED (granules obtenus par alternance de phase, émincage et D2I), (0, 5, 10, 15, 25, 35 temps de broyage).

On constate qu'après environ 10 min. de broyage, tous les granules de mangue étudiés possèdent un D_m sensiblement identique. Cette taille peut alors être considérée comme correspondant à l'efficacité apparente du broyeur, c'est à dire la plus petite moyenne de taille que l'on pourrait obtenir grâce à ce broyeur.

L'énergie de broyage par unité matière W_i, les constantes de Bond (K_b), Kick (K_k) et Rittenger (K_r) des mangues séchées après 15 secondes de broyage sont représentées dans le **Tableau** 14. Les résultats montrent une augmentation de l'énergie nécessaire au broyage pour les mangues émincées et/ou osmotiquement déshydratées.

Tableau 14 : Caractéristiques de broyage des granules de mangue séchée

Caractéristiques (mm)		Traitements			
		Lamelles		Cossettes	
		D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
	GS*	gAD	gA	gAED	gAE
Te (g/100g)		8,17±0,28	8,81±0,36	94,77±3,45	7,31±0,35
Rdt (%)**		98,05±0,44	94,28±0,20	94,77±3,45	95,78±0,30
Dm (mm)		0,331	0,344	0,162	0,363
Wi (kWh/kg)		0,094	0,078	0,097	0,051
K_b (kWh/kg)		0,029	0,024	0,030	0,026
K_k (kWh/kg)		0,019	0,015	0,024	0,016
K_r (kWh/kg)		0,032	0,018	0,024	0,013

* Granules séchés (GS), Constante de broyage (K_d), diamètre moyen volume surface (Dm), énergie de broyage (Wi), constante de Bond (K_b), constante de Krick (K_k) et constante de Ritinger (Kr). **Le rendement est donné pour les particules de taille < 2 mm. gA (granules obtenus par alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et émingage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), gAED (granules obtenus par lternance de phase, émingage et D2I).

Comparés aux mangues séchées, les granules de mangue demandent près de 10 fois moins d'énergie pour le broyage. Ces différences pourraient s'expliquer par la taille réduite des granules par rapport aux mangues séchées. Une étude de régression linéaire simple effectuée entre la teneur en eau et les caractéristiques de broyages des granules (**Tableau** 15) montre qu'il existe une corrélation significative et négative (R^2 = 0,78, P<0,05) entre la teneur en eau des granules de mangue séchée, Wi et K_b. Contrairement aux mangues séchées, l'énergie de broyage des granules augmente lorsque leur teneur en eau diminue. Des modifications texturales liées à la réduction de la teneur en eau seraient responsables des variations observées. On peut penser que les granules de mangue qui possèdent très peu d'eau seraient plus rigides et donc plus difficiles à broyer.

Tableau 15 : Equation de régression linéaire entre les caractéristiques de broyage et la teneur en eau des granules.

Constantes de régression	Caractéristiques de broyage				
	$D_{m\ (mm)}$	W_i (kWh/kg)	K_b (kWh/kg)	K_r (kWh/kg)	K_k (kWh/kg)
a	-7,10	-0,033	-0,01	-3,88	-5,29
b	0,40	0,36	0,40	0,04	0,01
R^2	0,27	0,78	0,78	0,58	0,004
*P**	NS	<0,05	<0,05	NS	NS

Diamètre moyen volume surface (D_m), énergie de broyage (Wi), constante de Bond (K_b), constante de Krick (K_k) et constante de Ritinger (Kr). a : pente de l'équation de régression, b : ordonnée à l'origine. P* : seuil de probabilité (<0,05 ; <0,01 ; <0,001); NS : non significatif.

III.3.2 Cinétique de broyage des granules de mangue séchée.

La **Figure** 9 représente les cinétiques de broyage des granules de mangues pour les particules de taille < à 2 mm. Les résultats montrent que le rendement de broyage augmente rapidement en début de broyage et tend à se stabiliser après 15 secondes de broyage pour les

granules gA, gAD, gAED, et après 25 s de broyage pour les granules gAE. Pour tous les traitements effectués, le rendement se situe autour de 100 % après 25 s de broyage. Contrairement aux mangues séchées, on constate que la quantité de broyat initial est non nulle.

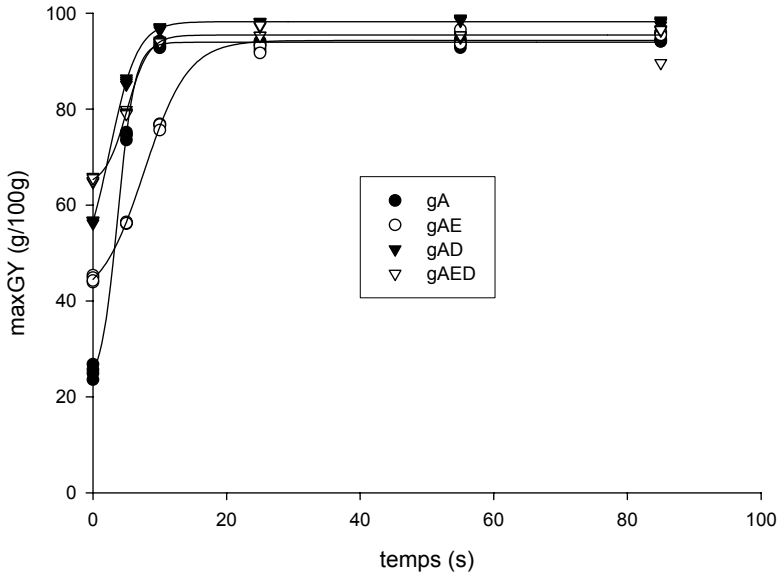


Figure 9 : Cinétique de broyage des granules de mangue (particules de taille <2 mm). gA (granules obtenus alternance de phase), gAE (granules obtenus alternance de phase et éminçage), gAD (granules obtenus alternance de phase et D2I), gAED (granules obtenus alternance de phase, éminçage et D2I).

Ceci pourrait s'expliquer par le premier broyage réalisé sur les mangues séchées pendant 35 s. Ces résultats suggèrent que la quantité initiale de poudre dans chaque classe granulométrique doit être prise en considération dans le mécanisme de broyage des granules. L'équation (6) utilisée pour la modélisation du broyage des mangues séchées est de ce fait corrigée pour donner lieu à l'équation suivante :

$$(Mbi - Mbi_0) = \frac{a_i}{1 + e^{-\frac{1}{K_d}(t - t_{50})}} \qquad \text{Eq : 10}$$

(Avec Mbi_0 le rendement à l'origine c'est-à-dire la proportion de particule de taille i au début du broyage).

Cette équation a permis d'obtenir les cinétiques représentées dans la Figure 10 et de déterminer le rendement réel à l'issue du second broyage.

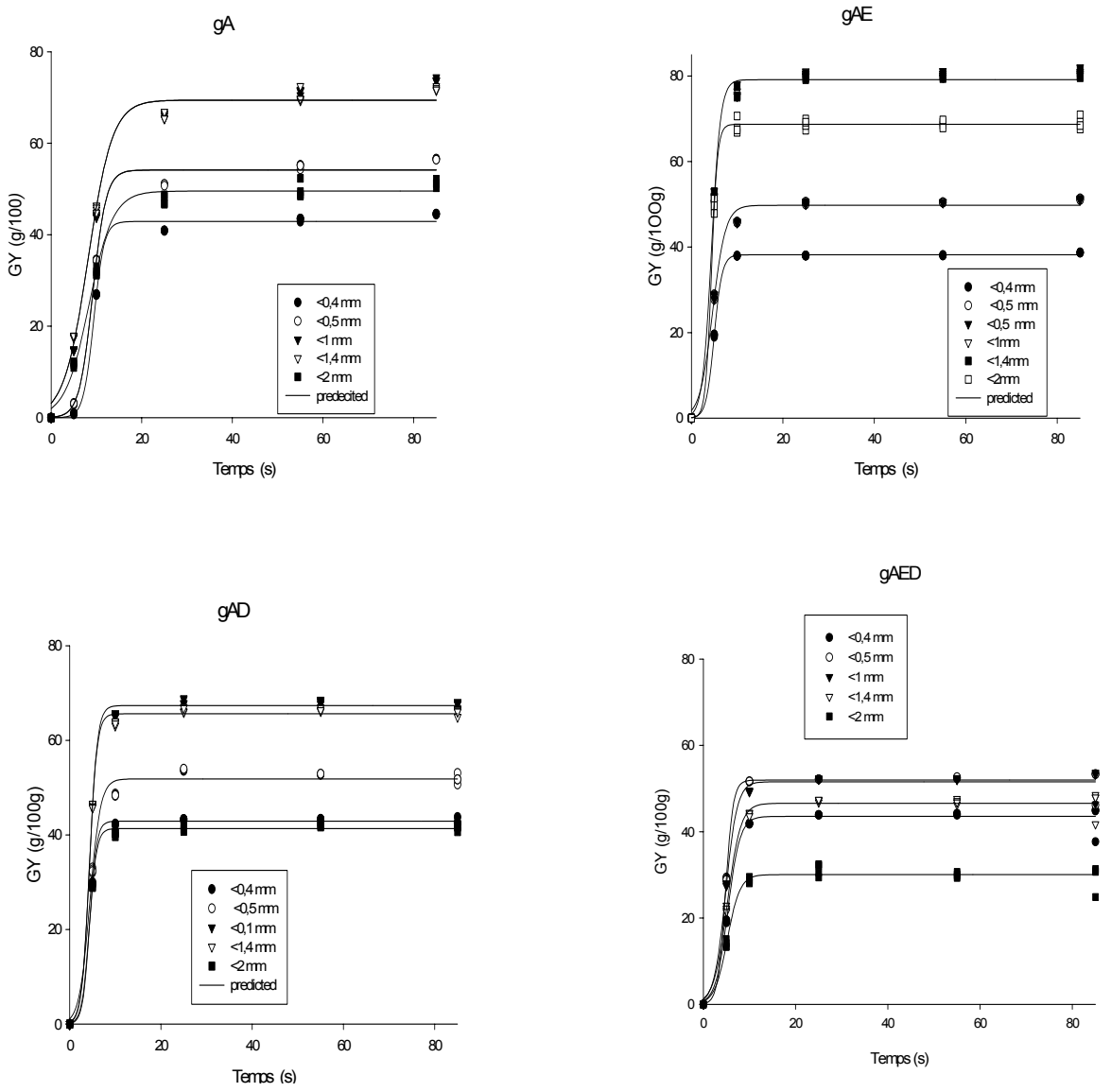


Figure 10 : Modélisation de la cinétique de broyage des granules de mangue séchée. gA (granules obtenus alternance de phase), gAE (granules obtenus alternance de phase et éminçage), gAD (granules obtenus alternance de phase et D2I), gAED (granules obtenus alternance de phase, éminçage et D2I).

Les constantes cinétiques de broyage $a_{i,}$ $K_{d,}$ t_{50} des granules sont rassemblées dans le **Tableau** 16. Contrairement aux mangues séchées, on observe une forte proportion de particules autour de 0,4 et de 1 mm et une très faible proportion de particules autour des tailles 1,4 et 2 mm.

Tableau 16 : Constantes de broyage des mangues obtenues par le modèle.

constantes	Taille des particules	Traitements				R^2
		Lamelles		cossettes		
		D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I	
		gAD	**gA**	**gAED**	**gAE**	
$a_{i\ (g\ /100g)}$	< 2mm	68,60±0,293	41,30±0,180	49,5±0,493	30,00±0,416	0,99
	< 1,4 mm	79,90±0,452	65,60±0,274	69,4±0,719	46,50±0,408	0,99
	< 1mm	79,50±0,803	67,30±0,276	70,0±0,803	51,50±0,363	0,99
	< 0,5 mm	49,70±0,444	51,80±0,442	54,1±0,513	51,90±0,363	0,99
	< 0,4 mm	38,20±0,074	42,90±0,114	42,9±0,330	43,50±0,409	0,99
$K_{d\ (s)}$	< 2mm	0,65±0,535	0,79±0,238	2,64±0,161	1,36±0,288	0,99
	< 1,4 mm	0,98±0,185	0,82±0,203	2,68±0,166	1,44±0,166	0,99
	< 1mm	0,98±0,184	0,85±0,189	2,59±0,186	1,25±0,199	0,99
	< 0,5 mm	1,41±0,171	1,5±0,200	1,47±0,138	0,825±0,532	0,99
	< 0,4 mm	8,7±0,129	0,75±0,196	1,13±0,174	1,31±0,204	0,99
$t_{50\ (s)}$	< 2mm	4,39±0,498	4,30±0,209	8,37±0,171	5,18±0,152	0,99
	< 1,4 mm	4,395±0,120	4,29±0,174	8,16±0,179	5,18±0,099	0,99
	< 1mm	4,39±0,119	4,33±0,149	8,62±0,193	4,82±0,836	0,99
	< 0,5 mm	1,41±0,171	1,5±0,200	1,47±0,138	0,825±0,532	0,99
	< 0,4 mm	4,97±0,013	4,38±0,160	9,4±0,109[a]	5,31±0,107	0,99

gA (granules obtenus alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et éminçage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), gAED (granules obtenus par alternance de phase, éminçage et D2I).

Les valeurs moyennes de K_d sont de 2,10 ; 1,23 ; 0,97 et 0,87 s respectivement pour les mangues gA, gAE, gAED et gAD. Ces résultats montrent que les granules préparés à partir des mangues émincées se broient mieux que les granules préparés avec les mangues non émincées, tandis que les granules trempés en solution sucrée possèdent une plus faible aptitude au broyage que les granules non trempés. Ces différences seraient dues à la variation de la teneur en eau qui induirait des modifications texturales au sein des granules.

La teneur en eau des granules de mangue a été corrélée aux constantes de broyage K_d. Les résultats montrent (**Figure** 11) qu'il existe une corrélation exponentielle significative et négative entre l'aptitude au broyage et la teneur en eau des granules ($R^2 = 0,98$; $P<0,05$).

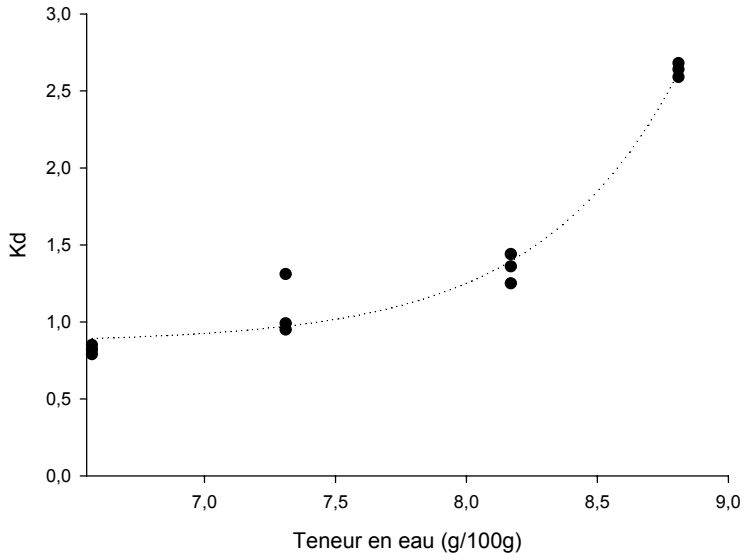


Figure 11 : Corrélation entre K_d et la teneur en eau des mangues séchées.

Contrairement aux mangues séchées, on constate que lorsque la teneur en eau diminue, l'aptitude au broyage diminue. C'est ainsi que les valeurs décroissantes de K_d des granules gAE, gAED, gA, gAD correspondent à des teneurs en eau respectives de 8,81 ± 0,36; 8,17 ± 0,28; 7,31 ± 0,35 ; 6,57±0,15. Cette contradiction apparente pourrait s'expliquer par le fait que la réduction de la teneur en eau augmente l'aptitude au broyage des mangues séchées parce qu'elle contribue à limiter l'encrassement, tandis que pour les granules de mangue séchée, une réduction de la teneur en eau augmenterait leur cristallinité et par conséquent leur dureté, d'où la faible aptitude au broyage observée. Pour vérifier cette hypothèse, des analyses de DRX ont été

réalisées sur les granules. Les résultats (**Figure** 12) montrent une variation de la cristallinité des granules.

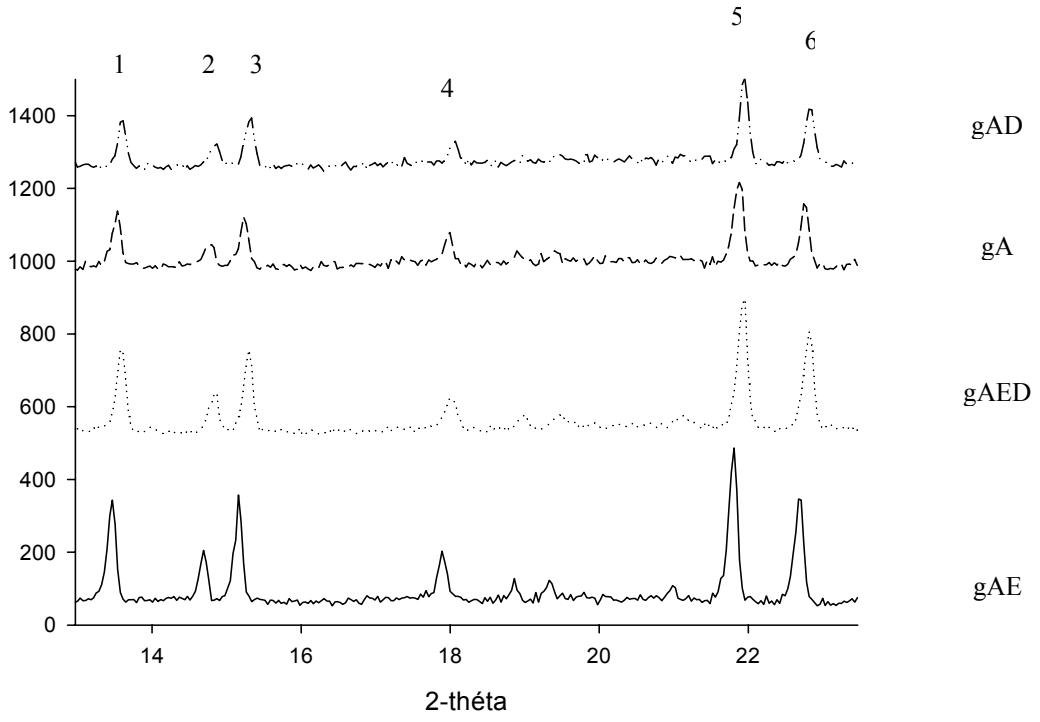


Figure 12 : Difractogrammes des granules de mangue. 1, 2, 3, 4, 5, et 6 : pics de diffraction

Cette variation serait due à l'effet combiné de la température, de la variation de concentration en sucres occasionnée par l'évaporation d'eau et du temps de séchage. Des études réalisées sur la cristallisation des sucres ont montré que lorsque le séchage est lent, les cristaux ont le temps de se former (Van Hook, 1959). Une évaluation du temps cumulé de séchage montre que ce temps est de 34, 32, 26, 22 heures respectivement pour les mangues gA, gAE, gAD, et gAED. On peut alors constater que la durée de séchage est réduite de 2 à 4 heures lorsque l'éminçage intervient dans le procédé de production et de 10 heures lorsque la D2I est utilisée. Le degré de cristallisation des granules serait donc fonction du temps de séchage. On se serait alors attendu à ce que les granules possédant les plus grandes cristallinités aient été le plus longtemps séchés, ce qui n'est pas le cas. D'autres paramètres comme la composition biochimique des granules à l'instar de la teneur en sucres pourraient expliquer cette contradiction apparente. En effet, les granules de mangue ayant subi la D2I, bien que possédant un temps de séchage réduit, ont imprégné du saccharose et auraient par conséquent une plus

grande teneur en sucres en début de séchage. Le degré de cristallisation des granules a été quantifié en relevant l'intensité relative des pics principaux représentés dans le **Tableau** 17.

Tableau 17 : Intensité relative des pics de cristallisation des granules de mangue.

	Séries (2 théta)					
	1	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
gA	277	158,5	276	146	416,5	326
gAE	342	205	357	203	486,5	343,5
gAD	186	122,5	193,5	130	302,5	215
gAED	218	126	201,5	158,5	296,5	272

gA (granules obtenus alternance de phase), gAE (granules obtenus par alternance de phase et éminçage), gAD (granules obtenus par alternance de phase et D2I), AED (granules obtenus par alternance de phase, éminçage et D2I).

Les valeurs de K_d ont été corrélées à l'intensité des pics (**Figure** 13). Les résultats montrent qu'il existe une corrélation négative (R^2=0,76 P<0,05) entre les valeurs de K_d et l'intensité relative des pics. Ainsi, une cristallisation élevée des mangues se traduit par une meilleure aptitude au broyage. L'augmentation de la cristallinité dans des granules se traduirait au niveau textural par une augmentation de leur friabilité qui faciliterait le broyage.

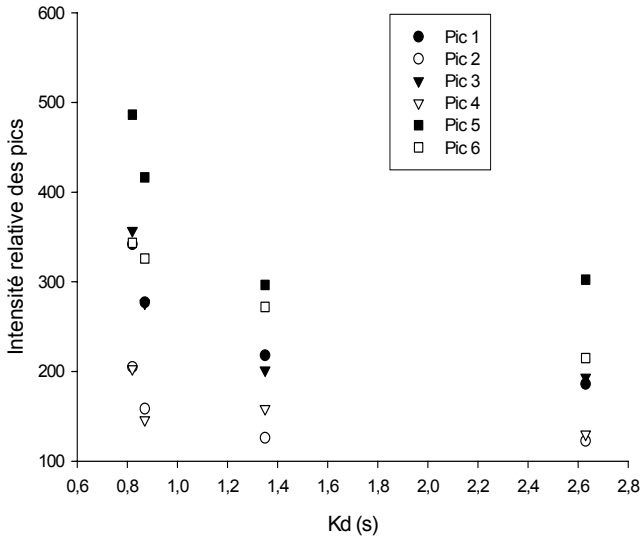


Figure 13 : Corrélation entre K_d et l'intensité relative des pics de cristallisation.

III.3.4 Influence de la composition biochimique sur l'aptitude au broyage.

Qu'il s'agisse des mangues ou des granules de mangue séchée, l'aptitude au broyage varie selon le mode de préparation des échantillons et l'approche technologique utilisée. Ces facteurs de variations agiraient en provoquant à l'instar de la D2I des modifications de la composition biochimique des mangues (protéines, cendres, sucres réducteurs et totaux). Pour établir une relation entre l'aptitude au broyage de mangues et leur composition chimique, les constantes de broyage ont été corrélées à la teneur en eau, en protéines, en sucres totaux et en cendres par des régressions linéaires simples. Les coefficients de régression a et b et de corrélation R^2 des mangues et des granules de mangue séchée sont rassemblés dans le **Tableau** 18.

Tableau 18 : Equation de régression linéaire entre K_d et composition biochimique des mangues.

Constantes	mangues	Composition biochimique				
		Eau	Protéines	Sucres totaux	Sucres réducteurs	Cendres
a	**MS[1]**	-0,88	-0,13	-0,10	-4,0	0,96
	GS[2]	1,03	0,43	-024	10,42	-2,20
b	**MS**	19	4,10	2,81	6,05	74,87
	GS	6,25	3,03	0,01	27,31	81,97
R^2	**MS**	0,86	0,25	0,55	0,61	0,49
	GS	0,79	0,58	0,64	0,64	0,39
P<*		0,001	NS	0,05	0,05	NS

[1]MS : Mangues séchées ; [2]GS : Granules de mangue séchée ; * (Seuil de signification) ; NS : non significatif

L'aptitude au broyage des mangues, n'est pas uniquement corrélée à la teneur en eau. On note également une corrélation significative au seuil de 95 % entre l'aptitude au broyage et la teneur en sucres réducteurs.

III.3.5 Conclusion partielle.

Comparés aux mangues séchées, les granules de mangue séchée ont une plus faible aptitude au broyage. Ils présentent cependant l'avantage de ne pas s'encrasser ce qui permet de les broyer plus longtemps et d'obtenir des rendements élevés de poudre. Le broyage des granules de mangue obéit également au modèle sigmoïdal développé à la section précédente pour les mangues séchées. L'aptitude au broyage des granules de mangue donc sa constante K_d, dépend non seulement de la teneur en eau mais également du degré de cristallisation. L'association des prétraitements d'éminçage et de déshydratation à la méthode d'alternance de séchage et de broyage ASB apparaît alors comme une approche intéressante pour la production de poudre de mangue. L'effet d'altération que pourraient entraîner les séchages répétitifs serait modéré par l'utilisation des prétraitements d'éminçage et de D2I qui permettent une réduction du temps de séchage de 2 à 10 h. Au vu des différences d'aptitude au broyage entre mangues séchées et granules de mangue séchée, on est en droit de se questionner sur les mécanismes qui entrent en jeux lors de l'encrassement des mangues et plus précisément pourquoi ce phénomène n'est plus observé lorsque les granules sont à nouveau séchés.

III.4 Etude des modifications physicochimiques lors du séchage des granules.

Les mangues séchées s'encrassent après un certain temps de broyage. Pour certaines valeurs de teneur en eau, l'encrassement n'est plus observé et le broyage aboutit à des rendements élevés. Cette partie de l'étude a pour objectif de contribuer à la compréhension des mécanismes mis en jeux dans l'encrassement des mangues séchées au cours du broyage Dans cette partie, l'influence du pré broyage et du séchage sur les modifications structurales, microstructurales et thermodynamiques des mangues est abordée. L'encrassement survient le plus rapidement lors du broyage des lamelles de mangue séchée (LMS), et justifie que l'étude soit conduite à partir de ces derniers.

III.4.1 Cinétique de séchage des mangues.

Le séchage effectué sur les lamelles de mangue et prolongé après un broyage modéré intervenant après 24 h de séchage conduit à l'obtention de la cinétique de séchage représenté par **Figure** 14. La zone 1 correspond au séchage des mangues et la zone 2 à des mangues modérément broyées pendant 35 s. Cette figure permet de distinguer deux phases de séchage qui atteignent l'état stationnaire après 20 h et 12 h pour la phase 1 et pour la phase 2 respectivement. Le broyage modéré effectué entre les deux séchages apparaît comme étant un élément facilitateur du séchage. Le séchage des mangues a fait l'objet de nombreuses études et il a été montré en particulier que les mangues cultivé au Cameroun sèchent bien (Jiokap *et al.,* 2001 ; Kameni *et al.,* 2003). Cependant, le croûtage superficiel qui survient très tôt lors du séchage des mangues limite l'évaporation d'eau. C'est ainsi que la teneur en eau des mangues obtenue reste élevée (entre 17 et 22%) à la fin du premier séchage, ce qui pourrait justifier les difficultés rencontrées pour les broyer. Il a alors été supposé qu'un broyage modéré des mangues parvenues en phase stationnaire de séchage faciliterait le séchage, ce qui semble bien être le cas. La teneur en eau des mangues d'environ 18 % au terme de la première phase est portée à environ 7 % à la fin de la seconde phase soit une réduction de l'ordre de 61 %. Ces résultats laissent entrevoir que la limite de séchage des mangues dépend de la taille des échantillons en présence. En effet, lors du séchage, l'eau superficielle est évacuée du produit en premier et l'eau située au cœur du produit en dernier. L'élimination rapide de l'eau à la surface des mangues occasionnerait un rétrécissement progressif des intertisses cellulaires conduisant à la formation d'une croûte superficielle qui limiterait l'évaporation de l'eau. Une réduction de la taille des mangues se traduirait alors par une diminution plus marquée de teneur en eau durant le séchage. Cette diminution serait due à l'augmentation de la surface spécifique et à la

déstabilisation des barrières formées par la croûte. Ces résultats mettent en évidence l'importance du pré broyage dans l'abaissement de la teneur en eau des mangues.

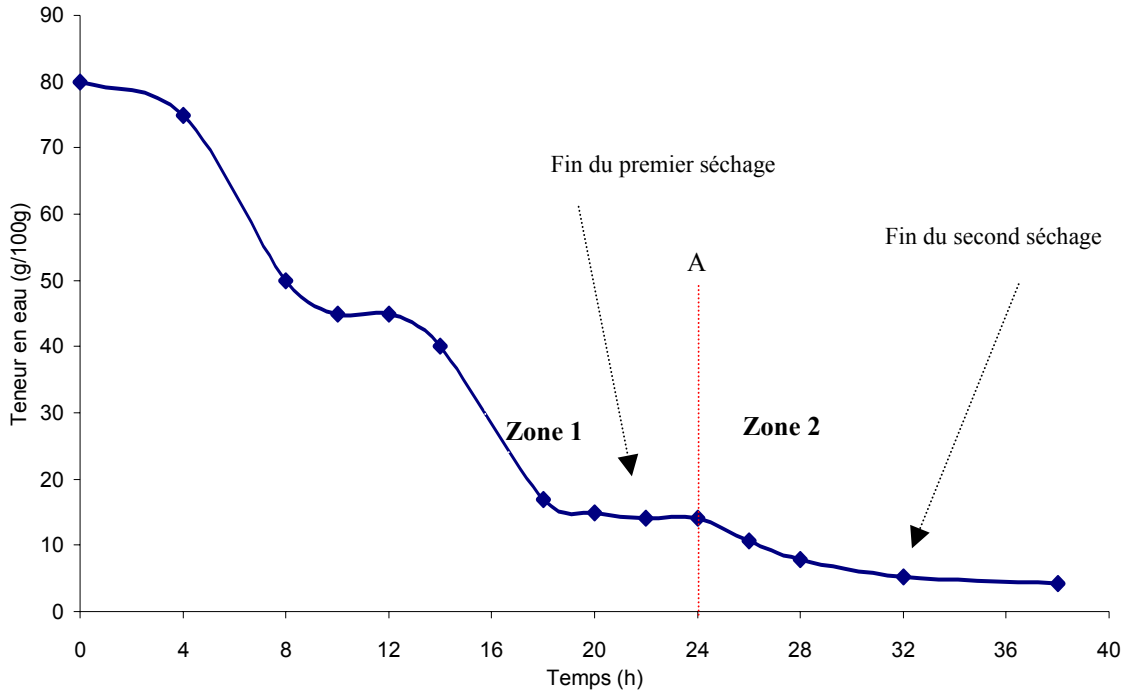


Figure 14 : Cinétique de séchage à 55 °C des lamelles de mangue (zone 1) et des lamelles de mangue pré broyées pendant 35 s (zone 2). Zone 1 : premier séchage ; zone 2 : second séchage ; A : pré broyage

III.4.*2* Evolution des caractéristiques de broyage des granules.

Les caractéristiques de broyage ont été déterminées sur des granules de mangue séchés 2, 4, 8 et 12 h. Les résultats montrent (**Tableau** 19) qu'une prolongation de la durée de séchage des granules se traduit par une augmentation du rendement de broyage, une réduction de leur diamètre moyen D_m et de leur énergie de broyage. Au delà de 8 h de séchage, le D_m des broyats ne varie plus. Après 8 h de séchage, on n'observe plus de variation des constantes caractéristiques de broyage en fonction du temps. Ces résultats renforcent l'hypothèse de l'existence d'une teneur en eau critique (Ts) en deçà de laquelle le comportement au broyage

des mangues ne varie plus. Ce point critique serait atteint à la suite d'une série de modifications physicochimiques survenant au sein des granules durant les 8 premières heures de séchage.

Tableau 19 : Caractérisation de l'aptitude au broyage des mangues séchées en fonction de la teneur en eau.

Tu (heures)	Te (g/100g)	Dm (mm)	Rd (g/100g)	Wi (kWh/kg)	K_B (kWh/kg)	K_k (kWh/kg)	K_R (kWh/kg)
0	17,70±0,21	1,91±0,22	8,08±0,20	1,18±0,20	0,37±0,23	0,12±0,25	0,28±0,23
2	16,61±0,10	0,60±0,30	48,15±0,12	0,21±0,23	0,06±0,29	0,03±0,24	0,02±0,24
4	15,22±0,30	0,52±0,11	55,42±0,21	0,18±0,29	0,05±0,21	0,02±0,22	0,02±0,26
8	13,34±0,42	0,45±0,23	68,75±0,33	0,16±0,25	0,05±0,22	0,02±0,29	0,02±0,25
12	12,81±0,21	0,44±0,31	68,58±0,24	0,15±0,24	0,04±0,20	0,02±0,23	0,02±0,23

Rd : rendement de broyage, Wi : énergie consommée par le broyeur, Dm : diamètre moyen volume surface des broyats, Te : teneur en eau, Ts : temps de séchage, K_b, K_k, K_r respectivement constantes de Bond, de Kick et Rittinger.

III.4.3 Modifications physicochimiques.

III.4.3.1 Oxydation des constituants biochimiques.

La **Figure** 15 représente les spectres IRTF réalisés sur des granules non séchés et des granules séchés à 55°C pendant 8 heures. Ces spectres présentent des différences marquées à des longueurs d'onde de 3359, 3317, 1710 et 1605 cm^{-1}. Les pics obtenus à 3359 et à 3317 cm^{-1} correspondraient aux vibrations symétriques ν_1 et asymétriques ν_2 de l'eau (Pellettier, 1999), tandis que le pic obtenu à 1710 et à 1605 cm^{-1} correspondrait aux vibrations d'élongation C=O des groupements carboxyles (Pezolet *et al.,* 1992). On peut évidement constater suite à la perte d'eau que les intensités des pics à 3359 et à 3317 sont plus faibles pour les granules séchés que pour les granules non séchés. Les observations montrent également que les pics à 1710 et à 1605 ont une intensité plus élevée pour les granules séchés que pour les granules non séchés. Ces résultats montrent que la réduction de la teneur en eau se traduit par des modifications structurales des sucres probablement par l'oxydation des groupements C-OH.

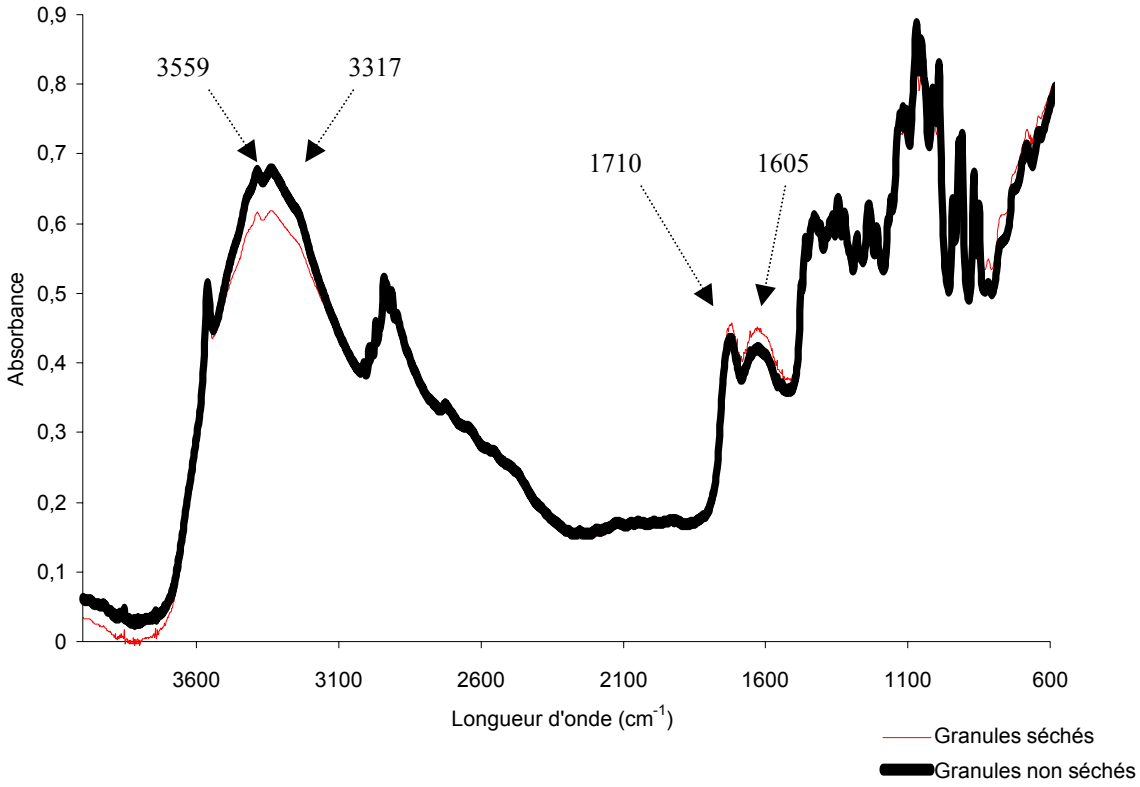


Figure 15 : Spectre IRTF des granules de mangue non séchés et des granules de mangue séchés.

L'oxydation des groupements C-OH entraînerait une réduction de la mobilité moléculaire des sucres par la formation des liaisons C-O-C et probablement à un durcissement des granules d'où une meilleure aptitude au broyage.

III.4.3.2 Modifications structurales

La **Figure** 16 représente les diffractogrammes X des granules de mangue non séchés et des granules de mangue séchés pendant 8 heures à 55 °C. Cette Figure permet d'observer qu'il se produit une cristallisation pour des granules séchés 8 heures, tandis que pour les granules non séchés, il ne se produit pas de cristallisation. Cette différence suggère que la déshydratation aurait contribué à une cristallisation du saccharose eu égard à la similitude qui existe entre les diffractogrammes des mangues séchées et celui du saccharose. Cette cristallisation serait

occasionnée par le type de séchage utilisé. En effet, le séchage par étuvage qui est relativement lent, contribuerait à une formation progressive des cristaux.

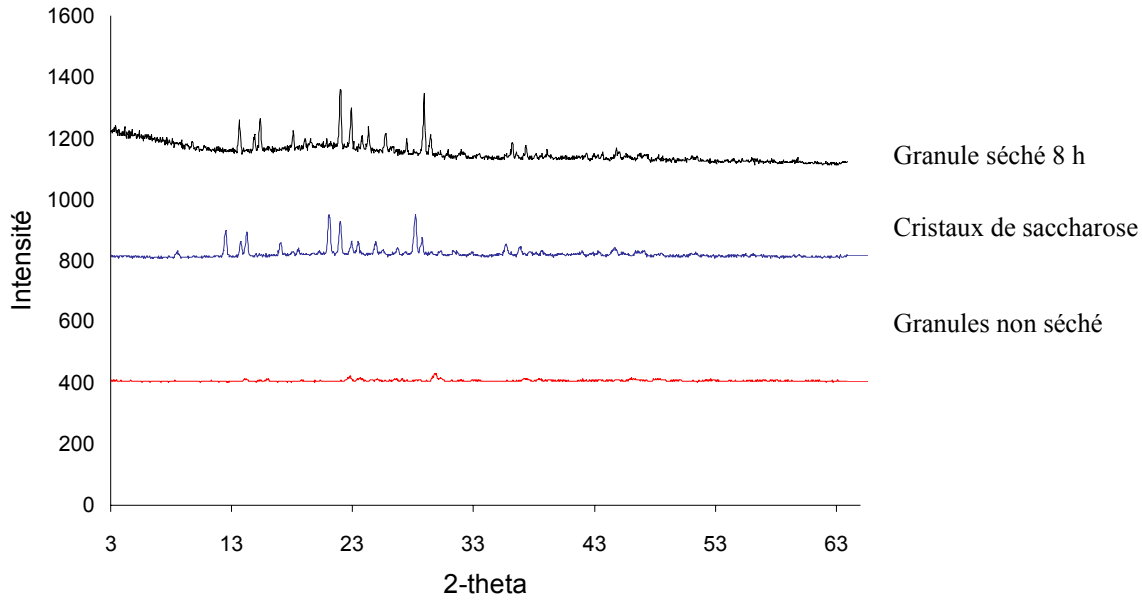
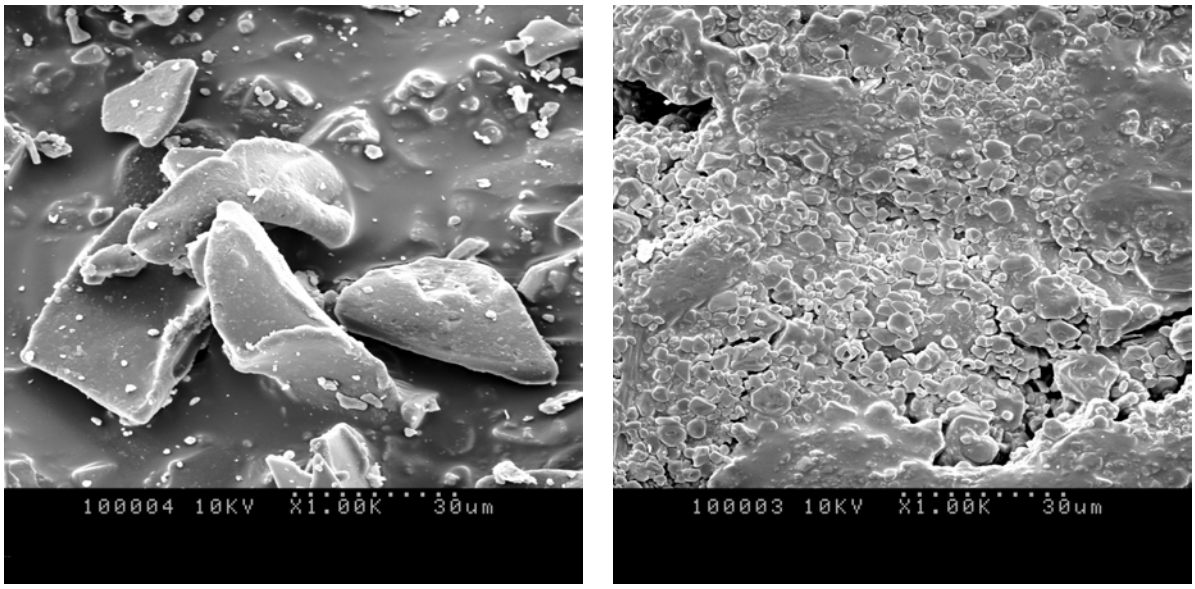


Figure 16 : Diffraction des rayons X des granules de mangue.

Des études menées sur la cristallisation du saccharose montrent que la cristallisation dépend en grande partie du rapport sucre - eau (concentration de saccharose dans l'eau) et de la température (Van Hook *et al.,* 1959). La cristallisation se produit à partir de l'état de saturation, les cristaux formés entrant dans un cycle de croissance au fur et à mesure que l'eau est évacuée. La cristallisation du saccharose aurait pour effet de renforcer le durcissement des granules, les rendant plus craquants. Ceci permettrait également d'expliquer pourquoi l'aptitude au broyage des granules s'améliore lorsque la teneur en eau diminue. En effet, avant le séchage, les granules possèderaient une texture plastique. De ce fait, le cisaillement serait favorisé lors de leur broyage au détriment du fractionnement. Après le séchage, la texture rigide acquise favoriserait plutôt le fractionnement. Le passage des granules d'une phase amorphe (texture plastique) à une phase cristalline (texture friable) serait donc à l'origine de l'amélioration du rendement au broyage des mangues.

III.4.3.3 Modifications microstructurales

Des observations microscopiques ont été réalisées sur des granules de mangue non séchée et sur des granules de mangue séchée (**Figure** 17 A et 17 B). L'observation de cette figure permet de mettre en évidence des différences microstructurales entre granules non séchés et les granules séchés. En effet, on observe pour les granules non séchés une surface de structure irrégulière, tandis que pour les granules séchés la surface est recouverte de façon régulière de multiples paillettes de forme identique faisant probablement allusion au sucres cristallisés.



A (granules de mangue non séché) B (Granules de mangue séché 8 h)

Figure 17 : Surface d'un granule de mangue observée au MEB (Microscope électronique à balayage) avant et après 8 h de séchage.

Ces observations confirment les résultats obtenus en DRX et mettent en évidence la cristallisation des granules au cours du séchage. La cristallisation des granules de mangue séchée serait à l'origine de l'amélioration de leur aptitude au broyage.

III.4.3.4 Modifications thermodynamiques

La **Figure** 18 représente la variation du flux énergétique dans les granules de mangue avec la température. Contrairement aux granules de mangue non séchée, on observe une décomposition des granules de mangue séchée 8 h lorsque la température se situe au dessus de 120 °C. En dessous de 120 °C on ne distingue pas de différence d'allure entre les profils thermodynamiques des granules séchés et les granules non séchés. Les thermogrammes obtenus n'ont pas permis de mettre en évidence la température de transition vitreuse (Tg) des granules, encore moins le pic de vaporisation de l'eau qui devrait se situer à 100 °C. L'eau serait sous forme liée dans les granules.

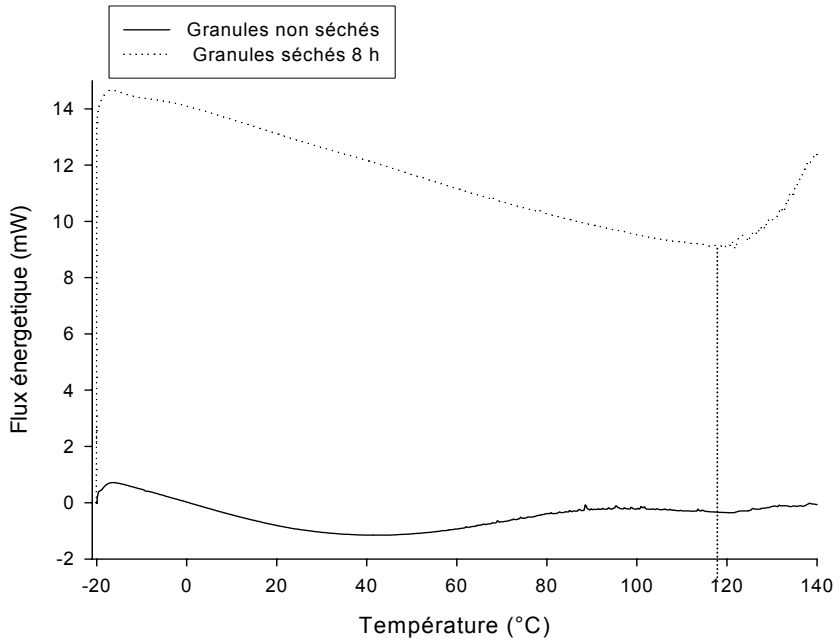


Figure 18 : Analyse thermique différentielle des granules de mangue non séchés et séchés 8 heures à 55°C.

III.4.4 Hypothèse sur l'encrassement des mangues

Les granules non séchés, contrairement aux granules séchés s'encrassent au cours du broyage. Au regard des résultats obtenus, on peut penser que l'encrassement est dû à l'augmentation de la plasticité superficielle et l'agrégation des granules de mangue.

En effet, les sollicitations mécaniques engendrées par le broyeur augmentent l'énergie libre du produit (Chamayou et Phage, 2003). Dans le cas des mangues, l'augmentation de l'énergie libre se traduit par la réduction de la taille des tranches durant les premiers instants de broyage. Lorsque la limite de cisaillement est atteinte, l'énergie libre des broyats se transformerait entièrement en chaleur d'où l'élévation de température observée dans le broyeur (une mesure de la température effectuée au cœur du broyeur après 35 s de broyage montre que celle-ci se situe autour de 110 °C). Ainsi, l'augmentation de la température du broyeur aurait pour effet de provoquer une augmentation de la plasticité superficielle des particules et l'agrégation de ces dernières sous l'effet des collisions et des frottements engendrés par le mouvement de cisaillement des lames. Ces hypothèses sont en accord avec les conclusions des études réalisées sur le comportement des solides face aux contraintes mécaniques qui ont montré qu'il peut se produire lors du broyage une augmentation de la plasticité du produit par effet thermomécanique (Chamayou et Phage, 2003).

L'eau jouerait un rôle essentiel dans l'augmentation de la plasticité granulaire. En effet, les modifications structurales et les différences de teneur en eau se traduisent en général par une variation de la température de transition vitreuse du produit. C'est ainsi que Genin et René (1995) ont montré en particulier, que le séchage contribue à augmenter la température de transition vitreuse des aliments. Selon ces auteurs, la diminution de la teneur en eau occasionnée par le séchage serait à l'origine de cette augmentation (Katz et Labuza, 1981 ; Roos, 1995). On se serait attendu contrairement aux résultats obtenus dans cette étude à observer des températures de transition vitreuse dans les thermogrammes de la **Figure** 18, étant donné que les granules de mangue séchée 8 h et les granules de mangue non séchée diffèrent par leur teneur en eau et par leur texture. Ces contradictions peuvent s'expliquer par le fait que la transition vitreuse est en pratique un phénomène difficile à observer dans les produits de composition hétérogène et nécessite statistiquement un grand nombre de répétitions alors que dans ce travail, seulement trois répétitions ont été effectuées.

Quoiqu'ils n'aient pas été observés, on peut penser que les phénomènes de transition vitreuse jouent un rôle important dans les différences de comportement au broyage entre les granules de mangue non séchée qui s'encrassent et les granules de mangue séchée 8 h qui ne s'encrassent pas. Des études ont montré que lorsque la température d'un produit amorphe est supérieure à sa température de transition vitreuse (gradient compris entre 10-23°C) ce produit passe d'une texture vitreuse (viscosité de 10^{12} Pas) à une texture supra visqueuse (viscosité de 10^{6}–10^{8} Pas) et devient collant (Roos et Karel, 1991 ; Bhetari *et al.,* 1993 ; Roos, 1995 ; Bhetari

et al., 1997). L'état supra-visqueux du produit aurait alors pour conséquence de favoriser la cohésion inter-particulaire et l'adhésion particule - parois. L'eau jouerait un rôle plastifiant lors des phénomènes de transition vitreuse et agirait en favorisant la mobilité moléculaire (Genin et René, 1995).

La température de transition vitreuse des granules séchés se situerait au dessus de la température du broyeur alors que celle des granules non séchés se situerait en dessous. Ainsi, l'élévation de la température du broyeur aurait pour effet de provoquer des transitions vitreuses au sein des granules non séchés. Il en résulterait l'apparition d'une pellicule visqueuse à la surface des granules de mangues qui favoriserait leur attraction ainsi que la formation de ponts liquides qui se consolideraient en ponts solides (Fayed, 1984). Cette consolidation des ponts liquides provoquerait une agrégation des broyats pouvant conduire à la formation de pâte si le broyage est prolongé (colmatage). Ces hypothèses sont en accord avec les affirmations de Vinh *et al.,* (2004). Pour ces auteurs, l'encrassement est causé par le comportement thermoplastique des sucres [Tg saccharose (62 °C), Tg glucose (31 °C), Tg fructose (5 °C) ; Roos et Karel, 1991, Roos, 1995] et des acides organiques à faibles poids moléculaires présents dans les produits sucrés à l'instar des mangues.

Lorsque les granules sont séchés au-delà d'une certaine teneur en eau dite critique, leur Tg se situerait au-dessus de la température du broyeur, il ne se produirait pas de transformations susceptibles de modifier leur texture lors du broyage. La plastification et l'agrégation des granules seraient alors évitées. Ces granules resteraient alors rigides et craquants d'où une meilleure aptitude au broyage.

III.4.5 Conclusion partielle

La forte teneur en eau des mangues est à l'origine de l'encrassement. Le séchage des granules permet d'éviter l'encrassement et facilite le broyage des mangues. L'amélioration de l'aptitude au broyage des granules séchés est associée à des modifications moléculaires, structurales et texturales liées à la réduction de leur teneur en eau. Contrairement à un simple étuvage, la méthode d'ASB qui préconise un broyage modéré des mangues à la phase critique du séchage permet une plus grande réduction de leur teneur en eau.

L'alternance de séchage et de broyage (ASB) limite l'encrassement et permet l'obtention des rendements de poudre de l'ordre de 90 %. Le nombre de séchages et de broyages réalisés dans cette méthode permet d'expliquer en partie les différences observées. En effet, dans la méthode d'ASB, le broyage des granules de mangue séchée fait suite au broyage des mangues

séchées ayant atteint la phase d'encrassement. Dans cette approche, le broyage des mangues contribue pour environ 25 % au rendement obtenu alors que le broyage des granules y contribue pour 68 %. Ainsi, quoique les granules séchés possèdent une faible aptitude au broyage, le fait qu'ils ne s'encrassent pas (possibilité de prolonger leur broyage) et qu'ils soient de plus petite taille permet d'augmenter leur rendement de broyage. L'association de l'éminçage et la D2I à l'ASB conduit à une combinaison des effets bénéfiques des deux approches avec des rendements de production proches de 95 %. Dans cette approche combinée, le broyage des mangues émincées et osmotiquement déshydratées contribue pour 50 % au rendement de production de poudre et le broyage des granules séchés pour l'autre moitié. Cette approche permet surtout de réduire le temps de production d'environ 10 h. La combinaison des prétraitements d'éminçage et de D2I à l'ASB s'avère être la méthode la plus indiquée pour la production de poudre à partir de mangues mûres. Une préoccupation demeure cependant, celle de savoir si l'approche technologique préconisée est celle qui conduit également à l'obtention des meilleures caractéristiques biochimiques (qualité nutritive entre autres) et fonctionnelles (rhéologie et réhydratation) ? Pour répondre à cette préoccupation, une étude des caractéristiques physicochimiques et fonctionnelles des poudres de mangue a été effectuée.

III.5 Caractéristiques biochimiques et physicochimiques de la poudre de mangue.

Dans cette partie du travail, l'influence du procédé de préparation sur les caractéristiques biochimiques et physicochimiques de la poudre est étudiée. L'activité de l'eau mesurée sur les différents échantillons au début et à la fin des analyses ne présente pas de différence significative. De ce fait, les différences de caractéristiques physicochimiques entre les poudres lorsqu'elles existent ont été attribuées aux modes de préparation.

III.5.1 Composition biochimique

La composition biochimique des poudres a été déterminée et les résultats représentés dans le **Tableau** 20. L'influence du procédé est évaluée en comparant la composition biochimique des poudres à celle de la pulpe de mangue fraîche (**Tableau** 6). Cette comparaison a conduit pour chaque élément biochimique au calcul du taux de rétention (**Tableau** 21).

Les poudres *A* et *AE* ont une teneur en eau plus élevée que les poudres *AD* et *AED* (**Tableau** 20). Cette différence pourrait s'expliquer par le transfert d'eau des mangues vers la solution de trempage durant le traitement de D2I (Bohuon, 1995, Jiokap *et al.,* 2001). Ce transfert de l'eau obeit aux lois osmotiques avec un mouvement de l'eau du milieu le moins concentré (mangue) au milieu le plus concentré (solution de trempage). Comparées à la pulpe fraîche, on constate que les poudres ont perdu 88 à 92 % de leur teneur en eau (**Tableau** 21), soit 70 à 73 % de leur poids. La réduction au ¾ du poids des mangues permet d'envisager une réduction des coûts de transport dans le contexte d'une exploitation industrielle, tandis que la réduction de la teneur en eau représente un indice de stabilité microbiologique.

Les teneurs en sucres réducteurs et totaux des poudres ***A*** et ***AE*** ne diffèrent pas ($P<0,05$) de celle de la pulpe de mangue. Par contre la teneur en sucres réducteurs est plus faible pour les poudres ***AD*** et ***AED*** que pour les poudres ***A*** et ***AE,*** tandis qu'on observe le contraire pour ce qui est des sucres totaux. Ainsi pour les poudres ***AD*** et ***AED*****,** on assiste à une augmentation de la teneur en sucres totaux de l'ordre de 4 à 6 % et une diminution de la teneur en sucres réducteurs de l'ordre de 28 à 30 % (**Tableau** 21).La variation de la teneur en sucres dans les poudres s'explique évidemment par le traitement de D2I qui occasionne une imprégnation du saccharose contenu dans la solution de trempage et une diffusion des sucres réducteurs. Cette explication est en accord avec les observations de Garcia-Martinez et *al.,* (2002). Ces auteurs ont signalé lors de la D2I une augmentation de la teneur en sucres totaux dans les produits

traités et une perte des constituants par diffusion. Par contre, la teneur en amidon des poudres ne varie pas significativement quel que soit le traitement (**Tableau** 21).

Tableau 20 : Composition* biochimique de la poudre de mangue et de la pulpe fraîche.

Caractéristiques	P<**	Pulpe fraîche	Traitements			
			Lamelles***		Cossettes***	
			D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
			AD	A	AED	AE
Eau (g/ 100g)	0,001	78,85±3,15 [c]	6,57±0,15 [b]	8,17±0,28 [a]	7,31±0,35 [b]	8,81±0,36 [a]
Sucres Tot (g/ 100g)	0,001	77,50±0,97 [a]	81,07±0,54 [b]	76, 38±1,07 [a]	81,63±2,05 [b]	77,23±1,17 [a]
Sucres Réd (g/ 100g)	0,001	54,69±21,09 [a]	34,25±2,65 [b]	50,26±2,37 [a]	33,06±1,75 [b]	52,47±3,53 [a]
Amidon (g/ 100g)	NS	1,61±0,06 [a]	1,86±0,21 [a]	1,68±0,14 [a]	1,71±0,11 [a]	1,83±0,06 [a]
Pectines (g/ 100g)	NS	9,79±0,19 [a]	8,85±0,80 [a]	9,10±0,80 [a]	8,57±0,80 [a]	9,42±1,45 [a]
Cendres (g/ 100g)	0,05	2,53±0,12 [a]	2,03±0,70 [b]	2,54±0,29 [a]	1,98±0,07 [b]	2,57±0,47 [a]
β carotène (µg/ 100g)	0,001	1589,51±4,75 [c]	1008,56±0,92 [b]	980,87±1,12 [a]	1038,64±0,76 [b]	980,33±3,16 [a]
Vitamine C (mg/ 100g)	0,001	84,49±2,31 [c]	69,28±9,81 [b]	42,81±2,45 [a]	75,50±3,94 [d]	52,76±2,43 [c]
K (µg/ 100g)	0,001	875,41±72,99 [a]	650,54±49,41 [b]	858,75±47,26 [a]	558,39±23,34 [b]	855,12±38,06 [a]
Ca (mg/ 100g)	0,001	40,72±2,25 [a]	30,12±4,67 [b]	39,85±2,80 [a]	18,89±0,35 [c]	38,97±2,34 [a]
Mg (µg/ 100g)	0,001	77,99±4,58 [a]	57,65±5,59 [b]	76,33±5,64 [a]	38,31±1,75 [b]	74,86±0,59 [a]
Na (mg/ 100g)	0,01	14,11±0,73 [a]	13,19±0,82 [b]	14,29±3,96 [a]	10,62±0,22 [b]	12,93±1,34 [a]

(n=16), * en % de matière sèche ; **seuil de probabilité (<0,05 ; <0,01 ; <0,001) ; NS : non significatif ; dans une même ligne, les moyennes possédant les mêmes lettres ne sont pas significativement différentes (P<0,05). A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue alternance de phase, éminçage et D2I), *** Mode d'éminçage ayant servi à l'obtention des poudres.

Tableau 21 : Taux de rétention des composés biochimiques dans les poudres de mangue.

Caractéristiques	Traitements			
	Lamelles*		Cossettes*	
	D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
Poudre	AD	A	AED	AE
Eau (g/ 100g)	8,33±0,19	10,36±0,35	9,27±0,44	11,17±0,45
Sucres Tot (g/ 100g)	104,60±0,69	98,55±1,38	105,32±2,64	99,65±1,50
Sucres Réd (g/ 100g)	62,62±4,84	91,89±4,33	60,44±3,19	95,94±6,45
Amidon (g/ 100g)	115,52±13,04	104,34±8,69	106,21±6,83	113,66±3,72
Pectines (g/ 100g)	90,39±8,17	92,95±8,17	87,53±8,17	96,22±14,81
Cendres (g/ 100g)	79,92±27,55	100±11,41	77,95±2,75	101,18±18,50
β carotène (µg/ 100g)	63,45±0,057	61,70±0,07	65,34±0,04	61,67±0,19
Vitamine C (mg/ 100g)	81,99±11,61	50,66±2,89	89,35±4,66	62,44±2,87
K (µg/ 100g)	74,31±5,64	98,09±5,39	63,78±2,66	97,68±4,34
Ca (mg/ 100g)	95,70±11,46	97,86±6,87	46,38±0,85	73,96±5,74
Mg (µg/ 100g)	95,98±7,16	97,87±7,23	49,12±2,24	73,91±0,75
Na (mg/ 100g)	91,63±5,81	101,27±28,06	75,26±1,55	11,17±0,45

(n=16) ; dans une même ligne, les moyennes possédant les mêmes lettres ne sont pas significativement différentes (P<0,05). A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et émincage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émincage et D2I). * Mode d'émincage ayant servi à l'obtention des poudres.

La teneur en pectine des poudres ne varie pas et est similaire à celle de la pulpe de mangue. Le procédé de fabrication n'aurait donc aucun effet sur la teneur en pectine. Ce résultat est contraire aux observations de Peiro *et al.,* (2005) qui ont signalé une diminution de la quantité de pectine au cours de la D2I des fruits. Ceci pourrait s'expliquer par des différences tissulaires liées à la variété de mangue utilisée. En effet, des travaux antérieurs menés sur les produits végétaux ont montré que le comportement de ceux-ci au traitement d'immersion est lié aux différences de propriétés tissulaires telles que la compacité des tissus (Giagiacomo *et al.,* 1987), l'importance relative des espaces cellulaires, la présence des gaz occlus (Lazano *et al.,* 1983), la teneur initiale en matière insoluble (Lenart et Flink, 1984).

La teneur en β carotène est plus élevée dans les poudres ***AD*** et ***AED*** que dans les poudres ***A***, ***AE*** (**Tableau** 20). Ceci pourrait s'expliquer par le fait que la perte en β carotène engendrée par la D2I est moins importante que celle engendrée par le séchage. En effet, les poudres préparées à partir des mangues osmotiquement déshydratées (***AD*** et ***AED***) possèdent un temps de séchage plus court. Comparées à la pulpe de mangue, les pertes en β carotène représentent près de 35 à 39 % (**Tableau** 21). Les pertes observées seraient essentiellement occasionnées par le séchage. Kleiber et Bagnato (1999) et Malchev *et al.,* (1982) ont en effet montré que les températures élevées de séchage dégradent les caroténoïdes. Malgré les pertes observées, les teneurs en β carotène demeurent élevées dans les poudres quel que soit le traitement appliqué.

La teneur en vitamine C est plus élevée dans les poudres lorsque les mangues ont été émincées et osmotiquement déshydratées. Ces résultats sont contraires à ceux de Garcia *et al.,* (2002) qui ont souligné les pertes de vitamines C lors de la D2I des fruits et en accord avec ceux de Saliha *et al.,* (2005) qui ont montré que le découpage en tranches effectué avant le séchage accélère le séchage et accroît la rétention de vitamine C. Les contradictions relevées par rapport à Garcia *et al.,* (2002) peuvent s'expliquer par la courte durée de séchage des mangues osmotiquement déshydratées qui compenserait les pertes occasionnées par la D2I (trempage). En effet, des études ont montré que le séchage prolongé à température élevée est susceptible d'altérer la qualité nutritionnelle des produits (Lin *et al.,* 1998, Chou et Chua, 2001, Jiokap *et al.,* 2001, Amparo et Pau, 2005). Par ailleurs il a été raporté que l'émincage et le couplage de la D2I au séchage réduisent le temps de séchage et conduisent à l'obtention des produits séchés de meilleure qualité (Jiokap *et al.,* 2001 ; Saliha *et al.,* 2005). Comparée à la pulpe de mangue, la teneur en vitamine C des poudres est faible. Les pertes en vitamine C occasionnées par le procédé de fabrication varient entre 12 % (poudre ***AED***) et 53 % (poudre ***A***) (**Tableau** 21). Les

pertes en vitamine C pourraient s'expliquer par la thermosensibilité de cette vitamine (Rojas et Gerschenson, 2000). En effet, le séchage a été effectué à 55 °C pendant une durée totale de 17 à 24 h. Malgré les pertes observées, les poudres étudiées dans ce travail et fabriquées au Cameroun à partir de la variété Kent possèdent une teneur plus élevée en vitamine C que celles produites en Inde. En effet, Hymavathi et Khader (2005) ont évalué à environ 32 mg/100g la teneur en vitamine C des poudres provenant de certaines variétés de mangues indiennes contre environ 53 - 85 mg/100g pour la variété Kent du Cameroun.

Les teneurs en K, en Ca, en Na et en Mg des poudres ***A*** et ***AE*** ne diffèrent pas et sont similaires à celles de la pulpe de mangue, tandis que les teneurs en sels minéraux sont plus faibles dans les poudres ***AD*** et ***AED***. Pour les poudres ***A*** et ***AE***, on assiste à une diminution de la teneur de ces 4 minéraux. Les poudres ***A*** et ***AE*** ont une teneur en K, en Ca, en Na et en Mg similaire à celle de la pulpe de mangue, tandis que pour les poudres ***AD*** et ***AED*** les pertes relatives sont de l'ordre de 32 % pour le potassium (K), 25 à 55 % pour le calcium (Ca), 10 à 25 % pour le sodium (Na) et 35 à 51 % pour le magnésium (Mg) (**Tableau** 20). Ces pertes pourraient s'expliquer par le traitement de D2I qui aurait occasionné une diffusion de ces minéraux de la mangue vers la solution de trempage. Cette explication est en accord avec les résultats de Peiro *et al.,* (2005) qui ont signalé une augmentation de la teneur en Ca, en K, Na, en Mg dans la solution de trempage au cours de la D2I.

III.5.1.1Analyse en composantes principales : variation de la composition biochimique avec le trempage, la D2I et la taille des particules.

Les observations visuelles ont permis de constater des différences entre poudres de differentes granulométries. Ces différences traduisent sans doute l'influence du procédé de production sur la qualité de la poudre finale. Les poudres ont alors été séparées chacune en deux classes constituées d'une part de grosses particules (tailles] 0,4-1 mm [) et d'autre part de fines particules (taille <0,4 mm). La composition biochimique des grosses et des fines poudres a été déterminée et est représentée dans le **Tableau** 22. En générale, les poudres possédant de fines particules et celles en possédant de grosses présentent des différences significatives ($P<0,05$) pour ce qui est de leur teneur en amidon et en pectine.

Tableau 22 : Composition* biochimique de la poudre de mangue en fonction de la granulométrie.

Composition*	traitements							
	Lamelle**				Cossettes**			
	Sans D2I		D2I		Sans D2I		D2I	
	A		AD		AE		AED	
	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[
Eau (g/ 100g)	7,9±0,1 [d]	8,89±0,1 [e]	6,44±0,1 [c]	7,40±0,4 [b]	8,5±0,2 [a]	9,4±0,1 [f]	7,02±0,2 [b]	8,2±0,3 [a]
Protéines (g/ 100g)	3,8±0,1 [a]	4,0±0,1 [a]	2,8±0,1 [b]	3,0±0,1 [b]	4,0±0,1 [a]	4,1±0,1 [a]	3,1±0,1 [b]	3,5±0,2 [b]
Lipides (g/ 100g)	1,6±0,2 [a]	1,8±0,2 [a]	1,3±0,2 [a]	1,4±0,1 [a]	1,6±0,4 [a]	2,1±0,5 [a]	1,4±0,3 [a]	1,3±0,3 [a]
Sucres Tot (g/ 100g)	76,7±2,1 [a]	75,8±2,6 [a]	82,8±8,7 [b]	82,3±5,2 [b]	77,5±1,4 [a]	77,1±4,5 [a]	81,9±2,5 [b]	80,1±3,1 [b]
Sucres Réd (g/ 100g)	53,6±1,5 [a]	51,1±2,5 [a]	34,1±3,2 [b]	33,2±2,1 [b]	53,3±5,0 [a]	52,0±0,3 [a]	32,2±1,5 [b]	32,1±1,7 [b]
Amidon (g/ 100g)	1,7±0,1 [a]	1,6±0,2 [b]	1,6±0,1 [b]	1,5±0,1 [c]	1,5±0,1 [d]	1,4±0,1 [e]	1,6±0,1 [b]	1,4±0,1 [e]
Pectines (g/ 100g)	6,9±0,2 [a]	8,7±1,2 [b]	7,4±1,0 [a]	7,8±2,1 [b]	7,7±0,1 [a]	9,4±2,4 [b]	7,1±0,1 [a]	8,6±2,7 [b]
Cendre (g/ 100g)	2,5±0,1 [a]	2,3±0,4 [a]	2,0±0,8 [b]	1,9±0,1 [b]	2,5±0,6 [a]	2,4±0,3 [a]	2,0±0,1 [b]	2±0,5 [b]
β carotène (µg/ 100g)	5714,5±20,9 [a]	2837,1±67,9 [b]	9780,7±20,3 [c]	3207,6±196,9 [d]	8251,5±70,8 [c]	2837,0±167,2 [a]	10607,0±3,1 [e]	5647,1±383,8 [f]
Vitamine C (mg/ 100g)	45,16±6,5 [a]	44,36±5,9 [a]	70,43±6,4 [b]	69,4±6,0 [b]	55,2±5,6 [a]	54,3±5,8 [a]	80,4±6,3 [b]	79,0±5,95 [b]

(n=128), * en % de matière sèche ; dans une même ligne, les moyennes possédant les mêmes lettres ne sont pas significativement différentes (P<0,05). A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). ** Mode d'éminçage ayant servi à l'obtention des poudres.

Les différences entre les poudres produites peuvent être visualisées sur le système d'axe de composante principale 1 et 2 de la **Figure** 19. La composante principale 1 explique à 68% les variations observées et la composante principale 2 à 24 %. L'axe principal 1 correspond aux variations induites par la D2I, tandis que l'axe principal 2 correspond à celles induites par la taille des particules. On peut aussi voir sur cette figure des cercles de corrélation qui illustrent les corrélations entre les variables analysées et les poudres. L'ACP permet de distinguer 2 groupes de poudre constitués pour le groupe 1 des poudres non déshydratées et pour le groupe 2 des poudres déshydratées. Ces deux groupes sont eux même subsdivisés en deux sous groupes constitués chacunes de poudres fines et des poudres de grande taille.

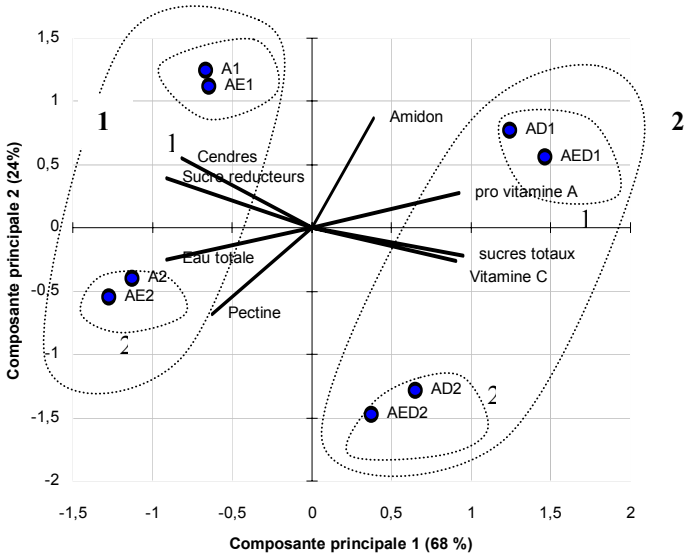


Figure 19 : Analyse en composantes principales : variation de la composition biochimique avec le tranchage, la D2I et la taille des particules.

Les résultats de la **Figure** 19 montrent que les teneurs en sucres totaux, en vitamines A et C sont plus élevées dans les poudres du groupe 2, tandis que les teneurs en eau totale, en sucres réducteurs, en cendre sont plus élevées dans les poudres du groupe 1. La teneur en amidon est plus élevée dans les particules de petite taille (sous groupe 1), tandis que la teneur en pectine est plus élevée dans les particules de grande taille (sous groupe 2). L'abondance de l'amidon dans les fines particules peut s'expliquer par le fait que ces dernières seraient individualisées lors du broyage et etant de petites tailles, elles passeraient préferentiellement

vers les faibles granulométries lors du tamisage. Contrairement à la D2I et à la granulométrie, l'éminçage n'aurait pas une influence significative sur la composition biochimique des poudres.

En permettant de visualiser la répartition de la composition biochimique des poudres en fonction du procédé, l'ACP offre la possibilité de choisir la démarche technologique en relation avec les caractéristiques biochimiques recherchées. La **Figure** 19 est de ce fait d'une très grande importance technologique. Cette figure permet par exemple de choisir la poudre AED si le but recherché est d'obtenir une poudre riche en provitamine A et en vitamine C.

III.5.2 Conclusion partielle.

Les prétraitements d'éminçage de D2I et le séchage influencent les caractéristiques biochimiques de la poudre de mangue. L'utilisation de l'éminçage et de la D2I dans le procédé de préparation de la poudre de mangue contribue à l'augmentation du taux de rétention de β carotène et de vitamine C, mais réduit leur teneur en minéraux. Le couplage de l'éminçage et la D2I permet une réduction des pertes en vitamine lors de la préparation de la poudre de mangue. Au vu des résultats obtenus, il apparaît que la méthode d'alternance ASB associée au prétraitement d'éminçage et de D2I représente la meilleure approche technologique pour la production d'une poudre riche en vitamines A et C. Seulement, la qualité nutritive n'est pas le seul critère d'appréciation d'une poudre. D'autres propriétés d'usage telles qu'un bon écoulement et une bonne aptitude de reconstitution sont également recherchées par les consommateurs. Ces propriétés d'usage sont généralement liées à leurs propriétés physiques qui ont de ce fait été étudiées.

III.5.3 Propriétés physiques.

Dans cette partie, les caractéristiques physiques des poudres de mangue sont déterminées en relation avec le procédé de production.

III.5.3.1 Granulométrie.

La **Figure** 20 représente la répartition granulométrique des différentes poudres de mangue.

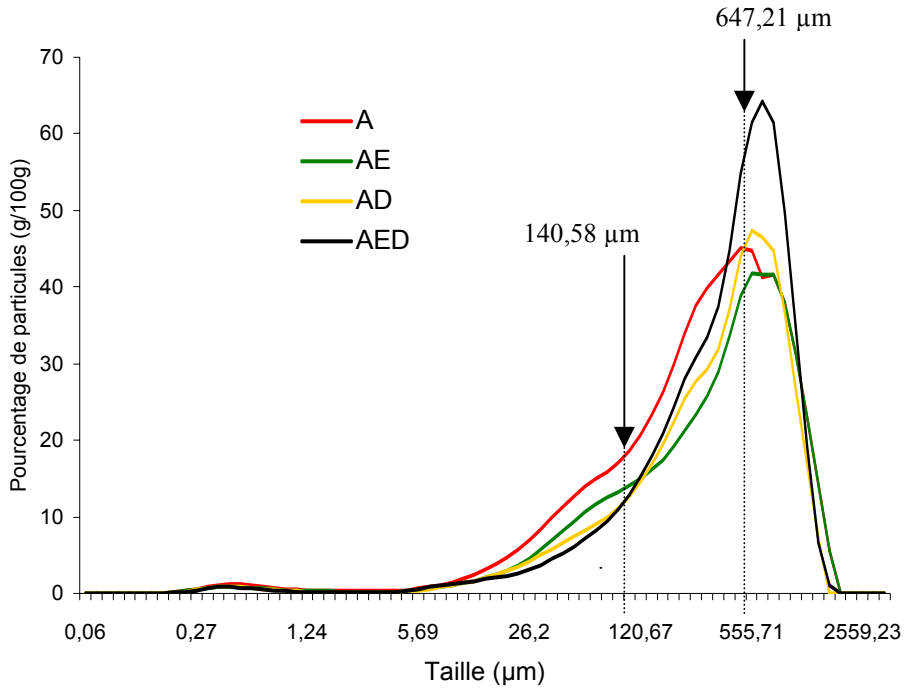


Figure 20 : Répartition granulométrique (en volume) de la poudre de mangue par granulométrie LASER. A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I).

Les résultats montrent que la distribution granulométrique est bimodale pour les poudres A et AE et unimodale pour les poudres AD et AED. Pour toutes les poudres étudiées la plus grande proportion de particules se situe autour de 647 µm. Les paramètres d_{10} d_{50} et d_{90} ont été calculés. Ils représentent la taille en dessous de laquelle se trouvent 10, 20, 90 % de la population exprimée en volume. Le critère d_{10} caractérise les petites particules tandis que d_{90}

caractérise les grandes. Les valeurs de d_{10} d_{50} et d_{90} des poudres ne diffèrent pas significativement et sont en moyenne de 29; 361 ; 625 mm respectivement.

III.5.3.2 Morphologie.

Les observations microscopiques n'ont pas permis de déceler les différences entre les poudres. Seules sont représentées les images obtenues pour les poudres AED (**Figure** 21).. L'émincage et la D2I ne semblent pas avoir d'influence significative sur la morphologie des poudres. Les particules qui constituent les poudres de mangue sont d'aspect rugueux et de forme hétérogène (**Figure** 21).

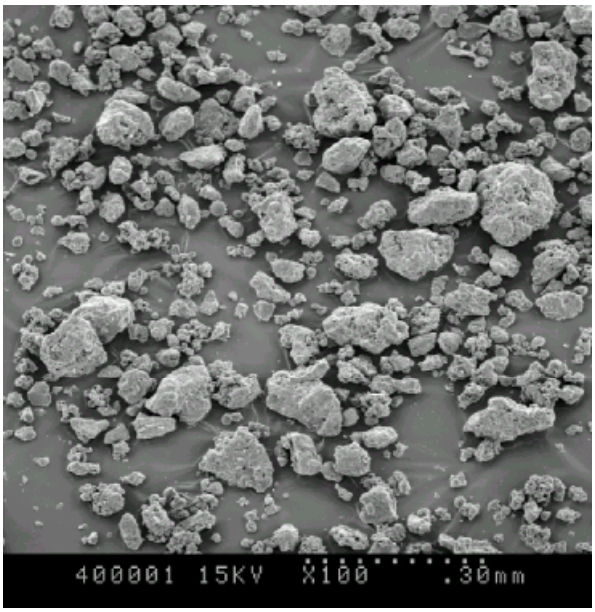


Figure 21 : Microscopie électronique à balayage de la poudre de mangue (exemple de la poudre ***AED***).

Des observations similaires ont été effectuées sur les farines de blé (Berton *et al*, 2001). La rugosité et l'hétérogénéité des poudres de mangue seraient occasionnées par le cisaillement des tranches et des granules de mangue au cours du broyage. Quelques descripteurs morphologiques des poudres ont été déterminés par microscopie optique et analyse d'image (**Tableau** 23).

Tableau 23 : Descripteurs de taille et de forme de la poudre de mangue.

Caractéristiques	Traitements			
	Lamelles*		Cossettes*	
	D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
Poudre	AD	A	AED	AE
Fmax/ EquivDia	1,21±0,05 [b]	1,20±0,08 [a]	1,21±0,09 [b]	1,20±0,09 [a]
Fmax/Fmi	1,32±0,17 [a]	1,34±0,18 [a]	1,34±0,22 [a]	1,34±0,19 [a]
Circularité	1,15±0,01 [b]	1,14±0,02 [a]	1,15±0,10 [b]	1,14±0,03 [a]
Concavité	0,52±0,083 [b]	0,70±0,02 [a]	0,38±0,65 [d]	0,59±0,092 [c]
Robustesse	0,98±0,01 [a]	0,98±0,02 [a]	0,98±0,01 [a]	0,98±0,02 [a]
Rugosité	0,04±0,02 [a]	1,20±0,08 [a]	0,04±0,03 [a]	0,04±0,03 [a]
Fmax/ EquivDia	63,45±0,057	61,70±0,07	1,21±0,09 [b]	61,67±0,19

(n=16)

Les moyennes ne possédant pas les mêmes lettres diffèrent significativement (P<0,05). A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). * Mode d'éminçage ayant servi à l'obtention des poudres.

Fmax/deq, Fmax/Fmin, ainsi que la circularité, donnent une idée sur l'allongement ou la sphéricité des particules, tandis que la concavité, la robustesse et la rugosité traduisent l'intensité des excroissances et l'irrégularité de surface. Ainsi lorsque *Fmax/deq,* Fmax/Fmin et la circularité possèdent une valeur supérieure à 1, les particules sont allongées, tandis qu'une valeur nulle de concavité, de robustesse et de rugosité traduit une surface particulaire lisse. Parmi tous les paramètres étudiés, les résultats montrent que seule la concavité varie significativement avec l'éminçage et la D2I (p<0,05). En effet, les poudres obtenues à partir des mangues ayant subi les traitements d'éminçage et de D2I possèdent une concavité réduite par rapport aux poudres n'ayant pas subi de prétraitement. Les résultats montrent que la poudre de mangue est constituée de particules de forme allongée et de surface irrégulière. Cette irrégularité de surface a également été confirmée par des observations microscopiques (**Figure** 22).

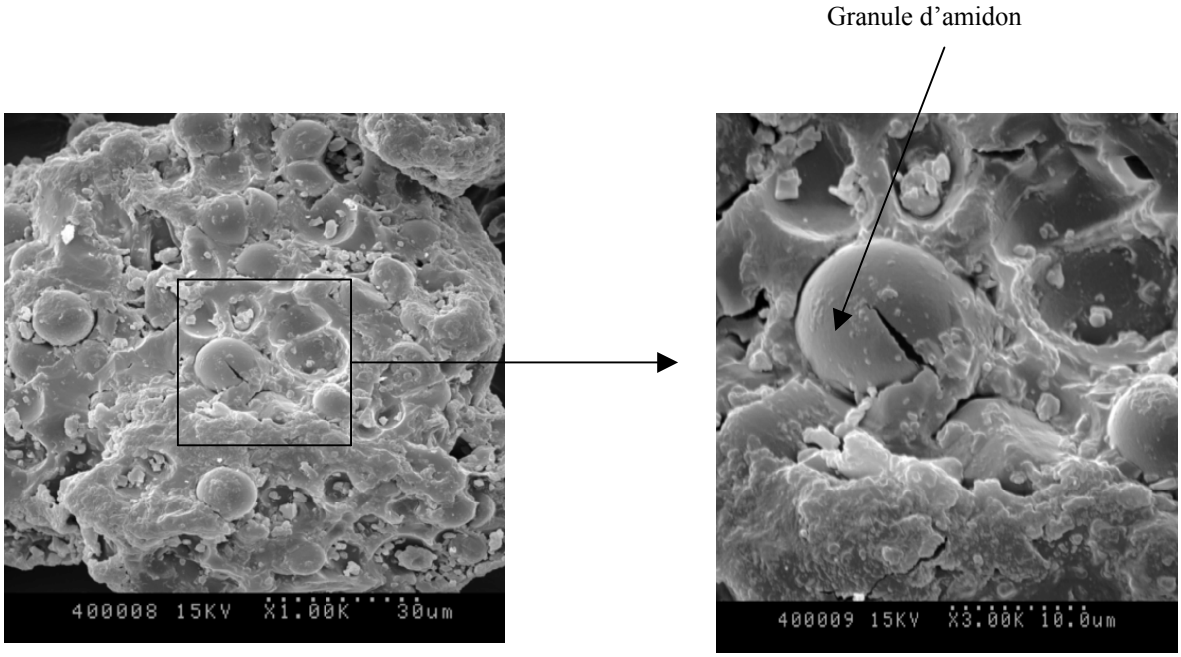


Figure 22: Microscopie électronique à balayage de la poudre de mangue (exemple de la poudre AED).

Ces observations de la surface des poudres laissent apparaître des globules sphériques emprisonnés dans des "cratères" formés au sein d'une matrice (**Figure** 22 A et B). Ces globules sphériques représenteraient l'amidon tandis que la matrice serait principalement formée d'un mélange de sucres et de pectines. L'observation de surface permet de remarquer la présence de multiples pores au sein des granules. Ces pores particulaires peuvent constituer un indice de la réactivité des poudres en solution.

III.5.3.3 Couleur.

Dans le **Tableau** 24 sont rassemblés les paramètres L a* b* des poudres de mangue. Les résultats montrent que la valeur de luminance L se rapproche de celle de la couleur blanche, tandis que a* et b* sont positifs. Ces résultats confirment la coloration jaune orangée de la poudre de mangue. Globalement la couleur des poudres ne varie pas significativement. La détermination des paramètres L*a*b* des poudres a été effectuée en fonction de la granulométrie. Les résultats (**Tableau** 25) permettent d'observer une variation significative du

paramètre a* avec la granulométrie. Les poudres fines possèdent une valeur plus faible de a* indiquant un jaune moins foncé comparé au grosses particules.

Tableau 24 : Paramètres L*a*b* des poudres de mangue.

Caractéristiques	Traitements			
	Lamelles**		Cossettes**	
	D2I	Sans D2I	D2I	Sans D2I
Poudres	AD	A	AED	AE
L*	79,2±0,2 [b]	80,46±0,31 [a]	79,28±0,11 [b]	80,98±0,3 [a]
a*	4,03±0,0 [a]	4,02±0,07 [a]	4,42±0,01 [a]	3,96±0,05 [a]
b*	30,05±0,04 [a]	29,08±0,08 [a]	27,09±0,19 [a]	29,49±0,3 [a]

(n=16)

Les moyennes ne possédant pas les mêmes lettres diffèrent significativement (P<0,95). A (poudre obtenue alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et émincage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émincage et D2I). ** Mode d'émincage ayant servi à l'obtention des poudres.

Tableau 25 : Influence de la granulométrie sur les paramètre L*a*b* des poudres.

Caractéristiques	Lamelles**				Cossettes**			
	Sans D2I		D2I		Sans D2I		D2I	
	A		AD		AE		AED	
	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[
L*	81,46±0,33	80,06±0,11	79,28±0,24	79,3±0,58	79,99±0,28	80,98±0,29	80, 30±0,15	79 ±0,14
a*	4,3±0,27	7,02±0,02	4,1±0,0	6,12±0,04	4±0,15	7,91±0,03	4,5±0,12	7,54±0,02
b*	30±0,10	29±0,08	31±0,05	30,2±0,1	30,40±0,38	29,48±0,13	28,90±0,22	27,09±0,05

(n=128) Les moyennes ne possédant pas les mêmes lettres diffèrent significativement (P<0,95). A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et émincage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émincage et D2I). ** Mode d'émincage ayant servi à l'obtention des poudres.

Cette variation de la coloration en fonction de la granulométrie pourrait être attribuée d'une part à la compacité plus importante avec les petites particules et d'autre par à la différence de teneur en amidon et en pectine entre les grosses et les fines particules. En effet, les analyses biochimiques ont montré que les poudres fines sont plus riches en amidon et plus pauvres en pectine et en β carotène que les poudres de grande taille.

III.5.3.4 Activité de l'eau et isotherme d'adsorption d'eau des poudres.

Les valeurs d'a_w des poudres sont de 0,48±0,04 ; 0,45±0,02; 0,47±0,03 ; 0,47±0,02 respectivement pour les poudres A ; AD ; AE ; AED. Ces valeurs qui ne sont pas significativement différentes, montrent que les traitements d'éminçage et de D2I n'ont pas d'effet majeur sur l'a_w des poudres. Soumis à différentes humidités relatives, on obtient les isothermes des poudres représentées à la **Figure** 23. Ces isothermes décrivent quatre zones d'a_w bien distinctes comprises respectivement entre 0,11 et 0,54, entre 0,54 et 0,76, entre 0,76 et 0,79 et entre 0,79 et 0,95. Pour les a_w comprises entre 0 et 0,54, on n'observe pas d'adsorption d'eau par les poudres.

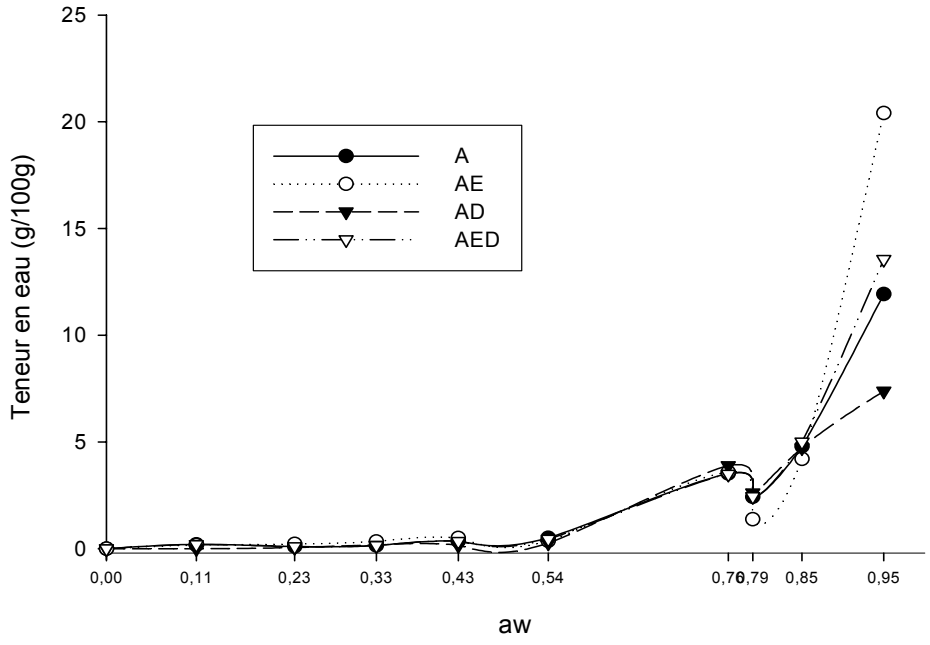


Figure 23 : Isotherme d'adsorption de vapeur d'eau de la poudre de mangue mesurée avec la méthode des microclimats à 20°C.

L'adsorption s'observe surtout à partir d'une a_w de 0,54. Pour les a_w comprises entre 0,76 et 0,79, on assiste à une perte progressive d'eau. Entre 0,79 et 0,95 on assiste à une

adsorption plus accentuée. L'allure générale des isothermes d'adsorption des poudres de mangue est similaire à celle des isothermes de type III décrits par Brumauer, Emmet et Teller (1938). Le décrochement observé à partir de 0,76 est similaire à celui obtenu par Mathlouthi et Rogé (2003) pour le saccharose cristallisé.

Ces résultats montrent que les isothermes d'adsorption des différentes poudres ne diffèrent pas significativement pour des a_w comprises entre 0 et 0,85. Au delà de 0,85 on note une différence d'allure qui pourrait être attribuée au degré d'absorption d'eau des poudres. L'absence des domaines I et II montre qu'il n'existe pas pour de faibles valeurs a_w (<0,56) de fixation monocouche ni d'adsorption multicouche chez la poudre de mangue, mais uniquement une condensation sub-capillaire et capillaire pour des valeurs a_w > 0,56. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que les groupements hydrophiles des constituants biochimiques présents à la surface des particules seraient engagés dans des interactions moléculaires limitant ainsi leur interaction avec la vapeur d'eau.

En effet, les liasons OH des sucres (composés majoritaires de la mangue) seraient mis à contribution dans la formation des cristaux réduisant ainsi les possibilités d'interaction avec l'eau à faible a_w (<0,56). Il a été par ailleurs montré qu'il produit une oxydation des groupements C-OH des sucres lors du séchage des mangues (Cf *III.4.3.1).* La cristallisation et l'oxydation des sucres permettraient également d'expliquer pourquoi les poudres AD et AED (a_w > 0,85) provenant des granules où une forte cristallinité a été observée (Cf III.3.2), adsorbent moins d'eau que les poudres A et AD provenant des granules de plus faible cristallinité. D'autre part, la mangue est constituée des macromolécules telles que les pectines, les protéines et l'amidon qui seraient sous forme amorphe dans la poudre et possèderaient une mobilité très réduite voir nulle. Elles seraient par conséquent peu interactives avec l'eau (Genin et René, 1995). Ces macromolécules auraient une température de transition vitreuse très élevée du fait de la très faible teneur en eau (< 10 %) des poudres (Genin et René, 1995). Ceci permet également d'expliquer pourquoi l'on n'observe pas d'adsorption pour des a_w < 0,56.

La température de transition vitreuse est affectée par l'humidité de l'enceinte de stockage lorsque le produit est fortement déshydraté (teneur en eau < 10 %). Il a été ainsi montré qu'une élévation d'humidité de 1 % durant le stockage à 20 °C d'un produit sec (teneur en eau < 10 %) produit un abaissement de la température de transition vitreuse de 10 °C (Genin et René, 1995). Ainsi, pour certaines valeurs d'humidité, il pourrait se produire lors du stockage une transition vitreuse qui aurait pour effet une augmentation de la mobilité moléculaire et une libération des sites actifs. La transition vitreuse des poudres de mangue qui aurait lieu à une a_w

voisine de 0,76 pourrait permettre d'expliquer l'adsorption observée pour les a_w > 0,56. La mobilité moléculaire des macromolécules offrirait la possibilité d'interaction entre leurs sites hydrophiles et la molécule d'eau. Il se produirait alors une adsorption monocouche, multicouche ainsi qu'une condensation capillaire. L'augmentation de la teneur en eau dans la poudre entraînerait également un passage progressif des sucres de l'état cristallin vers un état supra visqueux puis visqueux. A partir d'une certaine viscosité, il se produirait alors une recristallisation partielle des sucres entraînant une perte d'eau. La viscosité à partir de laquelle la recristallisation se produit correspond à une valeur d'a_w critique dite de libération d'eau. Le phénomène de libération d'eau a également été décrit par certains auteurs pour le saccharose cristallisé (Mathlouthi et Rogé, 2003). Ces auteurs l'expliquent par les phénomènes de recristallisation qui surviendraient lors de l'hydratation. Pour la poudre de mangue l'a_w critique où se produit la recristallisation est de 0,76 pour toutes les poudres étudiées.

III.5.3.5 Capacité d'absorption d'eau des poudres.

La **Figure** 24 représente les cinétiques d'ascension capillaire des poudres de mangue mesurées à 20°C. Ces cinétiques différent des cinétiques d'ordre I décrites par Pilosof *et al.,* (1985) et par Krokida et Marinos (2003) pour certains fruits et légumes et d'équation :

$$A(g/100g) = \frac{A\ \max \times t}{K_s + t}$$

(Avec A_{max} la quantité maximale d'eau absorbée ; K_s le temps de demi saturation et t le temps de réhydratation).

Les résultats montrent que pour toutes les poudres étudiées, les cinétiques de réhydratation présentent une tendance similaire. Contrairement aux cinétiques d'ordre I on n'observe pas après 20 min. de plateau traduisant le seuil de saturation. Pour mieux comparer les poudres, des paramètres cinétiques de réhydratation ont été générés à partir d'un modèle empirique d'ordre I à deux niveaux d'équation :

$$A(g/100g) = \frac{A_1 \max \times t}{K_{s1} + t} + \frac{A_2 \max \times t}{K_{s2} + t}$$

(Où A_{max} représente l'absorption d'eau maximale au niveau, et Ks le temps de demi saturation correspondant) (**Figure** 24).

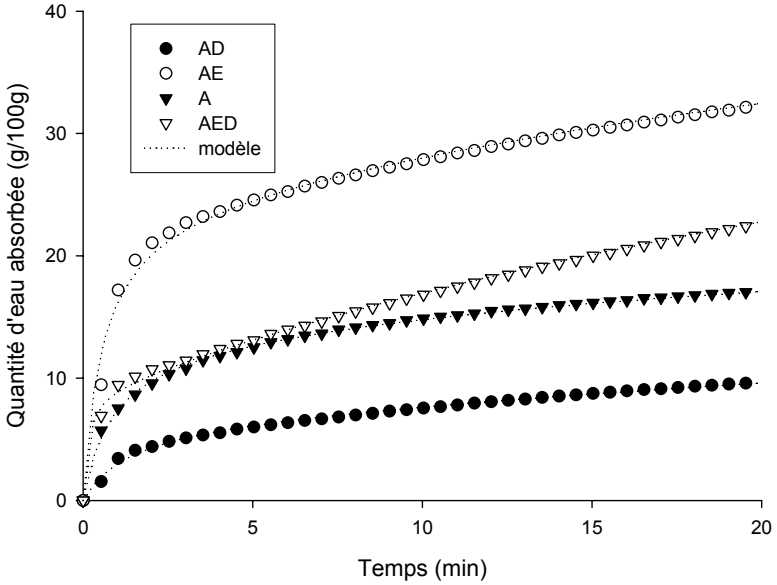


Figure 24 : Cinétiques d'absorption d'eau par ascension capillaire des poudres de mangue mésurée à 20 °C. A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I).

Les courbes expérimentales et théoriques sont significativement corrélées ($P<0,05$; $R^2 = 0,99$). Cette forte corrélation montre que ce modèle empirique décrit l'absorption d'eau par les poudres de mangue. Les constantes obtenues de ce modèle sont rassemblées dans le **Tableau** 26. Les résultats montrent que la poudre de mangue possède deux niveaux d'absorption correspondant chacun à une quantité d'eau maximale absorbée et un temps de demi absorption. Le premier niveau correspondrait à l'accumulation de l'eau dans l'espace inter-particulaire par capillarité et au mouillage superficiel, tandis que le second niveau correspondrait à l'absorption d'eau par les particules. Il a été expérimentalement observé une absorption spontanée d'eau dès les premières minutes d'hydratation. Celle ci correspondrait à l'absorption capillaire.

L'absorption capillaire représenterait une des différences fondamentales d'absorption entre les poudres et d'autres produits alimentaires. Cette phase d'absorption rendrait compte de la discontinuité texturale du produit (espaces interparticulaires, présence de pores). On constate

au niveau 1 que l'absorption est plus élevée et plus rapide pour les poudres (AE, AED) que pour les poudres (A, AD). Ces différences d'absorption au niveau 1 pourraient s'expliquer par les variations de volume libre (espace inter - particulaire) entre poudres.

Tableau 26 : Paramètres de réhydratation des poudres de mangue telles que générés par le modèle d'ordre I à deux paliers.

Caractéristiques	Traitements			
	Lamelles*		Cossettes*	
	D2I		Sans D2I	
Poudres	AD	AED	A	AE
$\mathbf{A_1max}$ **(g/100g)**	6,47±0,08	8,78±0,07	12,63±0,13	24,07±0,01
$\mathbf{A_2max}$ **(g/100g)**	12,02±0,91	34,93±0,02	22,04±0,35	46,66±0,91
$\mathbf{K_{S1\ (min)}}$	1,35±0,05	0,12±0,02	0,86±0,8	0,55±0,01
$\mathbf{K_{S2\ (min)}}$	104,20±4,16	46,47±0,45	28,70±0,001	57,23±0,01
$\mathbf{R^2}$	0,99	0,99	1	0,98
P	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001

A (poudre obtenue par alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et émincage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émincage et D2I).
** Mode d'émincage ayant servi à l'obtention des poudres.

Au niveau 2 on observe que l'absorption est plus faible pour les poudres obtenues à partir des mangues osmotiquement déshydratées (AD, AED) comparées à celles qui ne le sont pas (A, AD). Ceci pourrait s'expliquer par la dénaturation des cellules sous l'effet de la pression osmotique. En effet, les travaux de Giraldo *et al.,* (2003) ont montré que la D2I modifie la structure cellulaire de la mangue. D'après ces auteurs, cette modification affecterait la capacité d'absorption d'eau des poudres. Le degré de cristallinité des poudres pourrait également expliquer ces différences. Il a été montré dans ce travail que le procédé de D2I entraîne une plus grande cristallinité des mangues. Par ailleurs des auteurs ont montré que les formes cristallisées des sucres sont peu hydroscopiques (Jouppila *et al.,* 1997). Les temps de demi - saturation montrent que le premier niveau d'absorption d'eau des poudres correspondant à l'absorption

capillaire est atteint en moins de 2 min, tandis que le second niveau d'absorption qui correspondrait au gonflement des particules est relativement lent : 28 à 104 min.

La capacité d'absorption d'eau des poudres représenterait la somme cumulée des quantités d'eau absorbées aux niveaux 1 et 2. Elle est en moyenne de 18, 34, 42, et 70 respectivement pour les poudres AD, A, AED, AE. Ces résultats montrent globalement que les poudres préparées à partir des mangues non osmotiquement déshydratées possèdent une capacité d'absorption d'eau plus élevée que les poudres préparées à partir des mangues osmotiquement déshydratées.

Une étude de corrélation a été réalisée entre la capacité d'absorption d'eau des poudres et leur composition biochimique (éléments majeurs). Les cœfficients de corrélations sont rassemblés dans le **Tableau** 27.

Tableau 27 : Cœfficient de corrélation entre la capacité d'absorption d'eau des poudres et leur composition** biochimique.

Paramètres	a	b	R^2	P<*
Eau initiale	0,04	5,6	0,81	0,05
Sucres réducteurs	-0,14	85,18	0,95	0,05
Sucre totaux	- 0,57	18,36	0,99	0,05

*Seuil de probabilité ; ** teneur en élements majeurs

Les résultats montrent qu'il existe une corrélation positive et significative entre la capacité d'absorption d'eau des poudres et leur teneur en eau initiale et une corrélation négative et significative entre la capacité d'absorption et leur teneur en sucres. La composition biochimique des poudres contribue en partie aux différences d'absorption observées entre les poudres. Il apparaît alors clairement qu'en modifiant la composition biochimique des poudres, le procédé de production entraîne une modification de leur capacité d'absorption.

III.5.3.6 Propriétés rhéologiques.

III.5.3.6.1 Ecoulement

Le **Tableau** 28 représente les caractéristiques rhéologiques des poudres de mangue. On observe que les poudres fines (taille<0,4) ont un angle de repos et de spatule plus élevé que les grosses poudres ([0,4-1]). L'indice d'écoulement calculé montre que les poudres de taille [0,4-1 mm] s'écoulent mieux que les poudres fines (taille <0,4 mm), ce qui est conforme à la littérature scientifique. Ce résultat est en accord avec ceux de Scher *et al.,(*1998 a) qui ont montré que la granulométrie est le principal facteur qui influence l'écoulement des poudres. En effet, en dessous d'une taille critique les particules ont tendance à se coller entre elles ou à adhérer à la surface qui les supporte (Lam et Newton, 1992). Ceci s'explique par le fait qu'en deçà de cette taille critique, les forces d'attraction deviennent importantes par rapport à la pesanteur, et le matériau devient cohésif et s'écoule mal (Cheng *et al.,* 1968). En se référant à l'étude morphologique (***III.5.2.2***), on se serait attendu, du fait des fortes irrégularités de forme constatées chez les particules constituant les poudres grossières, à ce que les fines particules s'écoulent mieux, ce qui n'est pas le cas. Cette contradiction apparente pourrait s'expliquer par le fait que la cohésivité aurait une part plus importante que la morphologie dans l'écoulement des poudres de mangue.

On peut également constater dans le **tableau** 26 que la compressibilité est plus élevée avec les poudres fines. Ce résultat est en accord avec les observations de Peleg (1977) et pourrait s'expliquer par le fait que les poudres fines possèdent des espaces inter-particulaires plus élevés dans lesquels les particules se rangeraient plus aisément. Les résultats montrent aussi (**Tableau** 28) que les poudres de taille inférieure à 0,4 mm possèdent une densité vrac aérée plus faible que celle des poudres de taille comprise entre 0,4 et 1 mm, tandis que la densité vrac tassée ne varie pas significativement.

Des observations similaires ont été effectuées par Berton *et al.* (2001) pour les farines de blé. Les paramètres rhéologiques étudiés ont permis de calculer un indice d'écoulement global des poudres. Les résultats (**Tableau** 28) montrent que, pour les poudres fines (1) l'indice d'écoulement est plus élevé lorsque l'éminçage ou la D2I est utilisé pour la préparation des poudres, tandis que pour les grosses particules (2) on observe le contraire. L'éminçage et la D2I améliorent l'écoulement des petites particules et réduit celui des grosses particules. Globalement, les poudres se situent dans la zone d'écoulement intermédiaire correspondant à un écoulement moyen.

Tableau 28 : Paramètres d'écoulement des poudres de mangue mesurés par l'appareil Hosokawa.

Paramètres	**Traitements**							
	Lamelles* **				**Cossettes*** **			
	A		**AD**		**AE**		**AED**	
	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[
Densité Vrac Aérée	0,54±0,01	*0,73±0,00*	0,64±0,00	*0,71±0,00*	0,57±0,00	*0,72±0,00*	0,66±0,00	*0,75±0,00*
Densité Vrac Tassée	0,72±0,00	*0,79±0,00*	0,79±0,00	*0,77±0,00*	0,73±0,00	*0,77±0,00*	0,78±0,01	*0,82±0,00*
Densité moyenne	**0,63±0,01** [a]	***0,76±0,02*** [b]	**0,72±0,03** [c]	***0,74±0,08*** [d]	**0,65±0,04** [f]	***0,74±0,01*** [d]	**0,72±0,01** [c]	***0,78±0,20*** [b]
Compressibilité	22,9±0,56 [a]	*6,8±0,56* [a]	18,80±0,56 [a]	*7,6±0,00* [a]	22,65±0,07 [a]	*7,10±0,84* [a]	14,75±0,9[a]	*8,6±0,1*[a]
*Angle de spatule AvI**	47,4±0,56	*45,8±2,54*	68,4±0,98	*42,55±0,21*	69,65±0,63	*42,65±1,62*	71,35±1,34	*43,90±0,14*
*Angle de spatule ApI***	48,4±0,56	*30,95±0,21*	42,50±2,26	*37,40±2,68*	49,45±0,77	*37,45±0,35*	40,65±2,19	*36,75±0,21*
Angle de spatule Moyenne	**47,9±0,56** [a]	***38,37±1,4*** [b]	**56,07±0,8**[a]	***40,05±0,5***[c]	**58,92±0,10** [d]	***40,05±0,1***[c]	**56,00±0,4**[a]	***40,30±0,01***[c]
Index d'écoulement	**48,5** [a]	**64,5** [b]	**53** [c]	**59** [d]	**49** [a]	**60,5** [d]	**57** [c]	**58** [d]

**AvI : avant impact : **ApI : après impact*

Les moyennes ne possédant pas les mêmes lettres diffèrent significativement (P<0,95). A (poudre obtenue alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). *** Mode d'éminçage ayant servi à l'obtention des poudres.

III.5.3.6.2 Eboulement

L'indice d'éboulement des poudres a également été déterminé. Il traduit l'aptitude des poudres à se fluidiser.

Tableau 29 : Paramètres d'éboulement des poudres de mangue mesurés par l'appareil Hosokawa.

Paramètres	**Traitements**							
	Lamelles* **				**Cossettes*** **			
	A		**AD**		**AE**		**AED**	
	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[	<0,4 mm	]0,4 – 1 mm[
Granulométrie (mm)	38,55±0,6[a]	*30,85±0,2*[b]	**33,3±0,70**[c]	***30,00±0,8***[b]	37,70±0,14[a]	*31,05±1,4*[b]	**35,3±2,26**[c]	***28,7±0,42***[d]
Angle de Chute	7,6±0,14[a]	*6,65±0,07*[b]	**8,35±2,61**[c]	***5,72±0,08***[d]	7,4±0,70[a]	*5,60±2,26*[d]	**4,15±0,63**[e]	***10,85±0,21***[f]
Angle de différence	19,8±5,11[a]	*32,25±2,4*[b]	**17±1,41**[c]	***28,48±0,3***[c]	22,85±0,21[d]	*22,55±1,0*[d]	**29,45±2,3**[c]	***29,6±0,4***[c]
Dispersibilité	**56,25**[a]	**65,5**[b]	**57**[a]	**75**[c]	**58,25**[a]	**63**[d]	**58**[a]	**70**[e]
Index d'éboulement	38,55±0,6[a]	*30,85±0,2*[b]	**33,3±0,70**[c]	***30,00±0,8***[b]	37,70±0,14[a]	*31,05±1,4*[b]	**35,3±2,26**[c]	***28,7±0,42***[d]

Les moyennes ne possédant pas les mêmes lettres diffèrent significativement (P<0,95). A (poudre obtenue alternance de phase), AE (poudre obtenue par alternance de phase et éminçage), AD (poudre obtenue par alternance de phase et D2I), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). *** Mode d'éminçage ayant servi à l'obtention des poudres.

Les résultats montrent (**Tableau** 29) que les poudres fines ont une plus forte prédisposition à la formation des poussières. Ces résultats sont en accord avec ceux de Berton *et al.,* 2001 pour la farine de blé. D'une façon générale, le mode de préparation des poudres influence significativement leur indice d'éboulement. C'est ainsi qu'on observe (**Tableau** 29) que l'indice d'éboulement des poudres est plus élevé lorsque l'éminçage ou la D2I est utilisé

pour leur préparation. L'émincage et la D2I augmentent les propriétés d'éboulement des poudres. Dans la pratique, un indice d'éboulement élevé est généralement associé aux risques d'explosion ou d'intoxication lors de la manipulation en vrac de grands volumes de poudre. Ainsi dans une perpective de production industrielle de poudre de mangue, des précautions devront être prises pour éviter ces risques.

III.5.3.3 Indices rhéologiques et forme des particules.

Une étude de corrélation a été réalisée entre l'indice d'écoulement et d'éboulement des poudres et leurs paramètres de forme. Les équations de régression linéaire sont représentées dans le **Tableaux** 30. Les résultats montrent une corrélation négative et significative entre l'indice d'écoulement des poudres et leur concavité et une corrélation positive et significative entre la circularité des poudres et leur indice d'écoulement. Ces résultats suggèrent que contrairement aux particules circulaires, les particules fortement allongées se caractérisent par une faible mobilité entre elles.

Tableau 30 : Coéfficients de corrélation entre l'indice d'écoulement d'Hosokawa et les paramètres de forme des poudres de mangue.

Paramètres	coefficients			
	a	**b**	**R^2**	**P**
Circularité	1,08	1,08	0,74	<0,05
Concavité	-0,032	2,22	0,91	<0,05
Robustesse	0,00	0,88	0,00	NS*
Rugosité	0,00	0,04	0,00	NS

***** NS : non significatif

Ces différences de forme seraient liées à l'action de cisaillement du broyeur mais également à la résistance des particules au cisaillement ou broyabilité. Il a été par ailleurs démontré que l'aptitude au broyage des mangues est liée à leur composition biochimique et au procédé de production. C'est ainsi que les poudres préparées avec des procédés incluant la D2I

s’écoulent mieux et ont une plus grande circularité que les poudres préparées à base de mangues non déshydratées. En contribuant à la modification de la forme des particules, le procédé de production entraîne une variation des propriétés d’écoulement.

III.5.4 Conclusion partielle.

Les opérations technologiques influencent les caractéristiques biochimiques et physiques des poudres. De façon générale, les poudres de mangue sont de forme concave et présentent une grande robustesse. Elle sont peu hydroscopiques et s’écoulent moyennement bien. Un meilleur écoulement a été obtenu pour les poudres dont le procédé de préparation inclut l’utilisation de la D2I et de l’éminçage (poudres AED). En général, le choix de l’approche technologique se fait en rapport avec des caractéristiques recherchées. En plus des propriétés d’écoulement, l’aptitude à la réhydration constitue un élément capital dans le choix du procédé approprié. Les différences de composition biochimique et de tailles entre poudres porte à croire qu’elles pourraient présenter des différences de comportement à la réhydratation. L’étude de la réhydratation apparaît alors comme une étape décisive du travail.

.

III.6 Etude de la réhydratation des poudres

Dans cette partie de l'étude, il est question de déterminer parmi les approches technologiques élaborées pour la préparation de poudre de mangue, celle qui permet d'obtenir des poudres possédant la meilleure aptitude à la réhydratation. Les études précédentes ont permis de distinguer selon la composition biochimique deux groupes de poudres correspondant respectivement aux poudres A, AE (obtenues sans traitement de D2I) et aux poudres AD AED (obtenues avec un traitement de D2I). En rapport avec la granulométrie, les poudres fines et les poudres dont les particules sont plus grosses se sont distinguées par leur teneur en amidon et en pectine, deux éléments succeptibles de jouer un rôle important dans leur propriété de réhydratation. C'est pourquoi, pour l'étude de la réhydratation le choix a porté sur les poudres A_1, A_2, AED_1, ADE_2.

III.6.1 Etude de la réhydratation par granulométrie LASER.

La variation de la taille des poudres en solution a été déterminée durant une heure avec des intervales de temps de 1 min. et à 20 °C. La **Figure** 25 représente la distribution granulométrique des poudres à 0 et à 60 minutes. Les résultats montrent que les poudres possèdent une répartition granulométrique bimodale. On observe également qu'il n' y a pas de différence significative de taille entre 0 et 60 min. les courbes granulométriques étant superposées, mais plutôt un déplacement des pics granulométriques sur l'axe des ordonnées correspondant au pourcentage de particules. Les tailles autour desquelles ces variations se produisent correspondent à 19 et 56 µm pour les poudres A_1, 19 et 409 µm pour les poudres AED_1 , A_2 et AED_2.

Pour analyser ce déplacement, la variation du pourcentage de particules a été suivie pendant 60 min. aux différentes tailles correspondant aux pics granulométriques. Les résultats (**Figure** 26) montrent qu'il se produit une augmentation du pourcentage de particules de petite taille et une diminution des particules de grande taille. Ceci correspondrait à la désagrégation des grosses particules en solution. Les particules désagrégées de plus petites tailles induiraient alors une augmentation du pourcentage de particules aux faibles granulométries. En effet, le broyage produirait des agrégats de poudre qui seraient alors dissociés sous l'effet de l'agitation en solution.

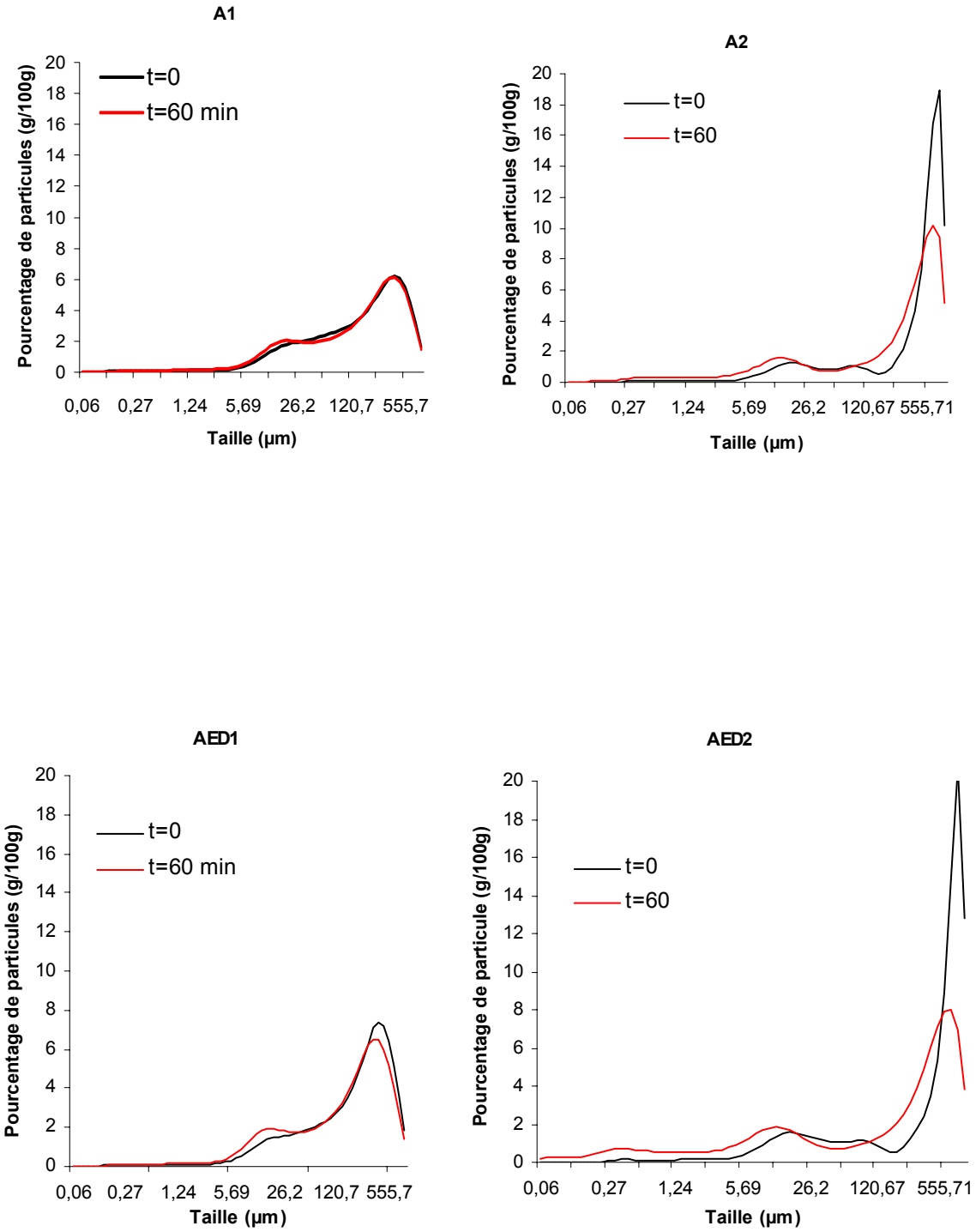


Figure 25 : Evolution au cours du temps de la taille des particules en solution. A (poudre obtenue par alternance de phase), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émiçage et D2I). 1 : fines particules ; 2 : grosses particules

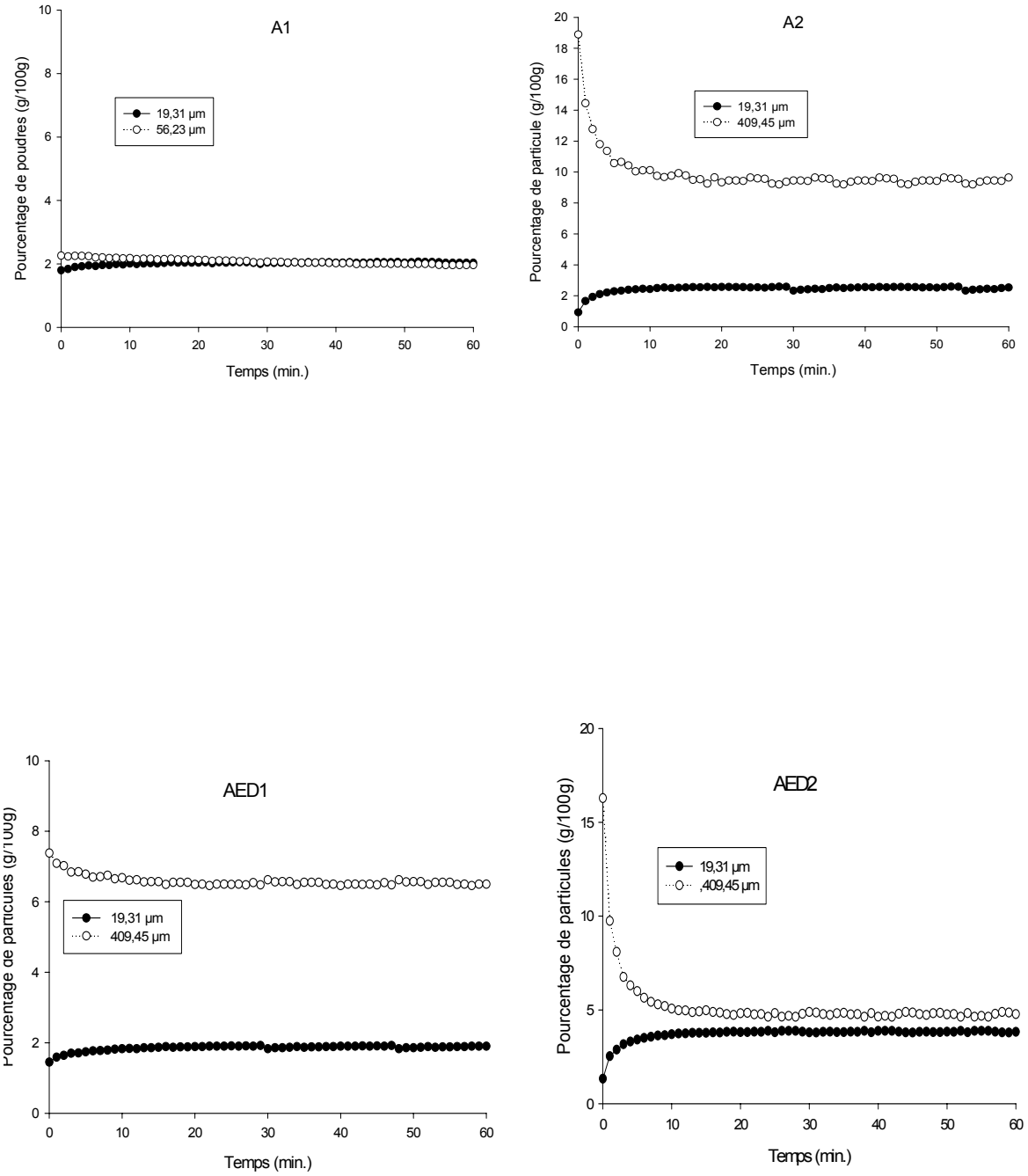


Figure 26 : Evolution au cours du temps du pourcentage des particules en solution. A (poudre obtenue par alternance de phase), AED (poudre obtenue par alternance de phase, émiçage et D2I). 1 : fines particules ; 2 : grosses particules

Cette désagrégation serait favorisée en solution par des collisions particules - particules ou particules - parois qui surviennent durant l'agitation. Dans l'ensemble, ces variations semblent se stabiliser après environ 15 min. On note également que la diminution de taille des grosses particules est plus importante que l'augmentation de taille des petites particules. Ceci laisse croire qu'il se produirait en plus de la désagrégation une dissolution partielle des constituants biochimiques des poudres. En effet, la poudre de mangue est en majorité constituée de sucres (70 à 80 %), de pectines (environ 10 %) et de minéraux qui sont des constituants solubles. Globalement la désagrégation et solubilisation partielle sont les deux phénomènes accompagnant la réhydratation des poudres de mangue en solution.

III.6.2 Etude de la réhydratation à l'aide d'un réacteur instrumenté.

Les **Figure**s 27, 28, 29 représentent respectivement la variation de conductivité, de turbidité et du pH des poudres au cours de la réhydratation à 20 °C dans un réacteur instrumenté sous agitation. Les résultats montrent que la conductivité et la turbidité augmente rapidement durant les premières secondes d'hydratation et tendent à se stabiliser moins de 3 min. après alors qu' inversement, le pH chute rapidement. L'évolution de la turbutité, du pH, de la conductivité semblent simultanées et tend à se stabiliser après environ 2 à 3 min. La conductivité qui est plus élevée pour les poudres fines (A_1, AD_1) que pour les poudres de plus grande taille (A_2, AD_2) et pourrait s'expliquer par le fait que la diffusion des minéraux serait plus intense pour les particules de petite taille que pour les particules de grande taille. En effet, la distance de diffusion serait plus faible avec les petites particules qu'avec les particules de grande taille, ce qui expliquerait la diffusion rapide des minéraux observée pour les particules de petite taille. Les résultats montrent également que la conductivité est plus élevée pour les poudres préparées à base de mangues osmotiquement déshydratées (AD_1, AD_2) comparée à la conductivité des poudres obtenues à partir des mangues non osmotiquement déshydratées. La cristallinité des poudres osmotiquement déshydratées serait à l'origine de ces différences. En effet, il y aurait une accumulation de minéraux à l'interface entre la phase cristallisée et la phase amorphe de ces poudres. Ainsi, lors de la réhydratation, les minéraux accumulés aux interfaces diffuseraient plus rapidement. L'augmentation de la turbidité correspondrait à la dispersion des poudres en solution (Gaiani, 2006) et à leur solubilisation partielle.

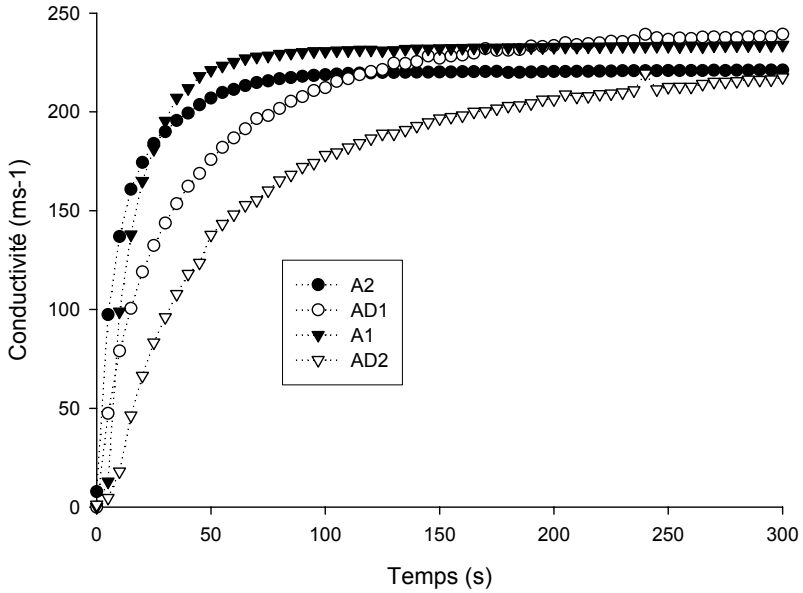


Figure 27 : Variation de la conductivité électrique du mélange poudres eau au cours du temps. A (poudre obtenue par alternance de phase), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). 1 : fines poudres ; 2 : grosses poudres

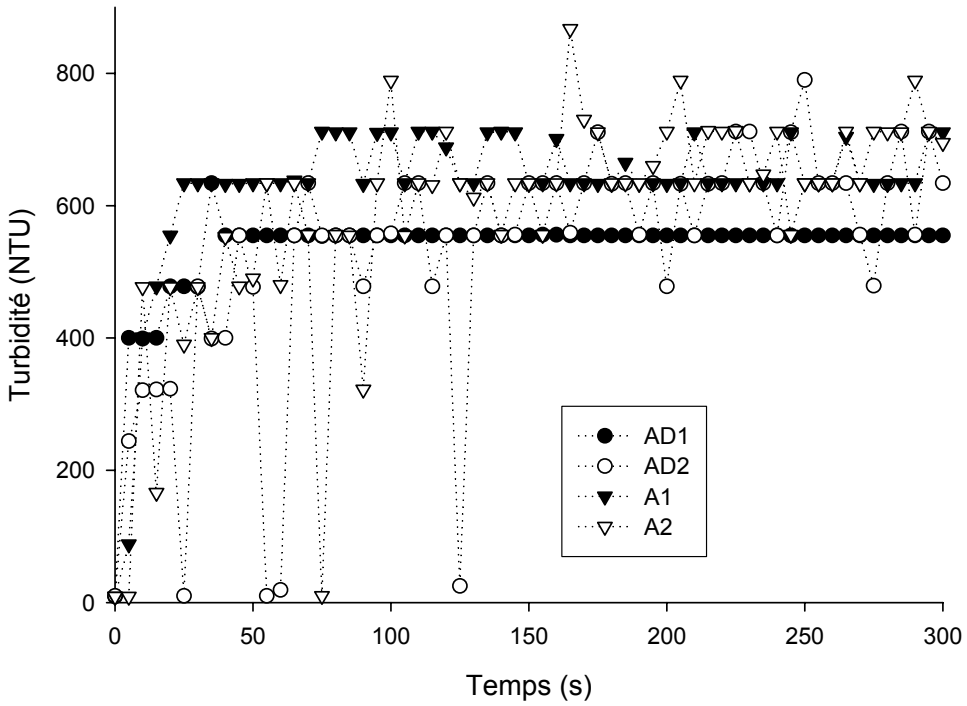


Figure 28 : Evolution de la turbidité des poudres en solution au cours du temps. A (poudre obtenue par alternance de phase), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). 1 : fines poudres ; 2 : grosses poudres

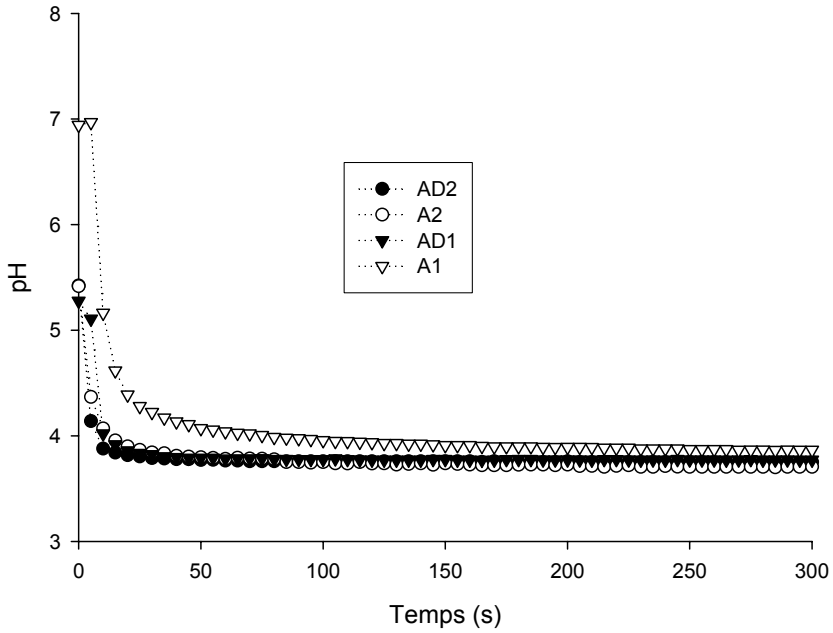


Figure 29 : Variation du pH des poudres en solution au cours du temps. A (poudre obtenue par alternance de phase), AED (poudre obtenue par alternance de phase, éminçage et D2I). 1 : fines poudres ; 2 : grosses poudres

Il a été expérimentalement observé que lorsque l'agitation s'arrête, il se produit une sédimentation avec une accumulation des particules dans le becher conduisant ainsi à la formation de deux phases, une phase fluide et une phase plus opaque et visqueuse. La quantité d'extrait sec pour 100 mL de solution de réhydratation a été mésurée et est de 1±0,28 ; 10,57±0,15 ; 0,51±0,36 ; 5,31±0,35 respectivement pour les poudres A1 ; A2 ; AED1 ; AED2. Les différences d'extrait sec observées seraient probablement liées aux différences de composition biochimique entre les poudres. Dans tous les cas, la sedimentation serait liée à l'insolubilisation de certains constituants biochimiques des poudres. L'agitation des poudres de mangue en solution (20°C) conduit à une réhydratation partielle. Il faudrait alors, pour solubiliser davantage les poudres, soit fournir de l'énergie au système sous forme de chaleur, soit les laisser plus longtemps en solution.

Les phénomènes de sédimentation ne sont pas propres à la poudre de mangue. Ils sont généralement observés lors de la dispersion des poudres en solution ou lors de la formulation des jus de fruit (Ilari, 2003). Dans le cas des poudres alimentaires, la sédimentation peut être due entre autres à la nature des constituants du produit. C'est ainsi qu'Ilari (2003) a cité les

pectines parmi les composés qui se solubilisent difficilement (24 h en moyenne). La présence des pectines dans la poudre de mangue serait alors en partie responsable de la sédimentation du mélange poudre - eau. En général la stabilisation des dispersions poudre - eau a fait l'objet de nombreuses études. Dans une synthèse réalisée sur la question, certains auteurs ont préconisé entre autres moyens, la gélatinisation des macromolécules telles que les pectines, l'utilisation des tentio-actifs ou le maintien de l'agitation (Ilari, 2003).

III.6.3 Etude de la réhydratation à l'aide du rhéomètre équipé d'un système ''vanne''.

L'aptitude à la réhydratation d'une poudre peut se traduire par l'évolution de sa viscosité en solution. La variation de la viscosité des poudres de mangue en solution a été déterminée au cours du temps. Les résultats montrent (**Figure** 30) pour toutes les poudres étudiées que la viscosité augmente instantanément puis diminue progressivement pour se stabiliser après environ 2 à 5 min. respectivement pour les poudres de taille <0,4 mm et 0,4 - 1mm. L'analyse des courbes de viscosité a permis de distinguer trois domaines D_1, D_2, et D_3.

Le domaine D_1, caractérisé par un pic de viscosité et un maximum de viscosité, le domaine D_2 par une succession de pics et le domaine D_3 à une stabilisation de la viscosité. Les domaines D_1, D_2 et D_3 sont similaires à ceux décrits par Gaiani (2006) et correspondraient respectivement au mouillage/dispersion, au gonflement des particules et à la fin de la réhydratation.

Le domaine D_2 est de faible amplitude pour les poudres AED_1 et AED_2 contrairement au poudres A_1 et A_2. Les poudres obtenues à partir des mangues ayant subi un traitement de D2I ne gonfleent pas. Ceci pourrait s'expliquer par la présence des phases cristallines au sein de ces poudres. En effet, il a été montré que les poudres AED possèdent des phases cristallines. Cette cristallinité des granules serait défavorable au gonflement des particules en solution. L'étape finale (D_3) est caractérisée par une stabilisation de la viscosité. Cette étape survient à des temps plus ou moins long permettant de définir la durée relative d'homogénéisation des poudres. Ce temps serait de 340, 200, 60 et 140 s respectivement pour les poudres A_1, A_2, AD_1, AD_2. On peut alors constater que les poudres AD_1, AD_2, provenant des mangues émincées et déshydratées se dispersent plus vite que celles provenant des mangues n'ayant subi aucun prétraitement (A_1, A_2).

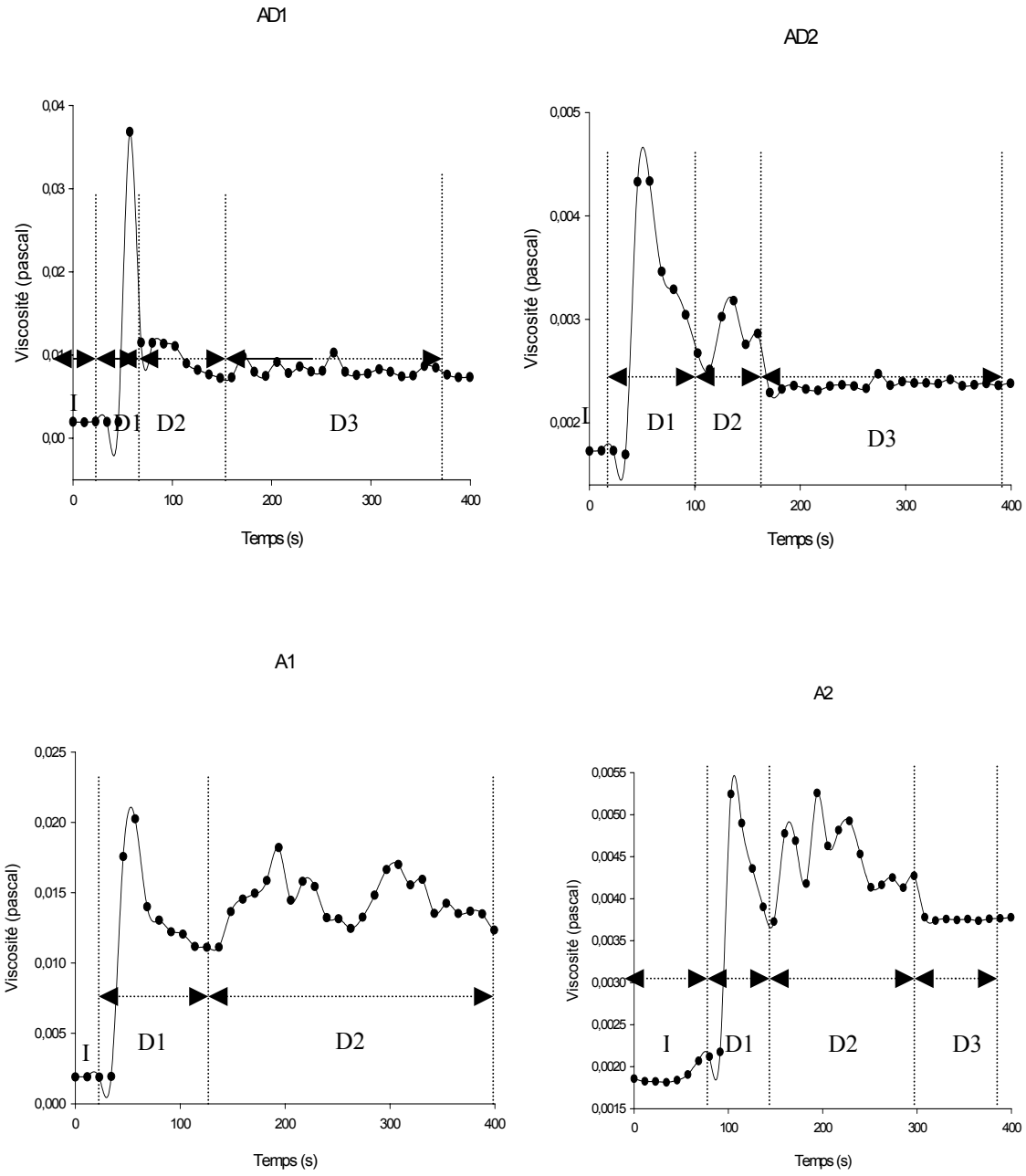


Figure 30 : Evolution au cours du temps de la viscosité des poudres en solution. A (poudre obtenue alternance de phase), AED (poudre obtenue alternance de phase, éminçage et D2I). 1 : fines particules ; 2 : grosses particules

Le taux de dispersion de la poudre a été défini et calculé. Il représente l'écart entre le pics de viscosité correspondant au mouillage et le minimum de viscosité correspondant à la dispersion rapporté au pic de viscosité initiale. Les taux de dispersion des poudres en solution ont été calculés par la relation $T_d = (\sigma i - \sigma f) / \sigma i$, avec σi la viscosité initiale et σf la viscosité

finale de la poudre. Les résultats montrent que le taux de dispersion est plus élevé pour les poudres A_1, A_2 ($T_d = 0,46$) n'ayant pas subi de D2I que pour les poudres AED_1 et AED_2 ayant subi la D2I ($T_d = 0,28$).

III.6.4 Conclusion partielle

Le procédé de préparation influence les propriétés de réhydratation de la poudre de mangue. La réhydratation se traduit par une dispersion des particules suivie d'une dissolution partielle. L'arrêt de l'agitation occasionne une sédimentation des poudres. L'étude dynamique (granulométrie LASER, réacteur instrumenté, viscosimètre) de la réhydration a permis de rendre compte des différents mécanismes qui entrent en jeu au cours de la réhydratation des poudres de mangue. La capacité d'absorption des poudres de mangue est corrélée à leurs caractéristiques biochimiques. C'est ainsi que les poudres fines qui sont riches en amidon et pauvres en pectines se réhydratent mieux. Le procédé technologique mis en œuvre est susceptible de modifier la composition biochimique des poudres (teneur en sucres réducteurs et totaux, en amidon, en pectines, en cendres et en vitamines A et C). Cette modification affecte leurs caractéristiques physiques (taille, couleur). En modifiant la composition biochimique des poudres et leurs textures, le procédé de production influence les propriétés d'usage des poudres telles que la rhéologie (écoulement, éboulement) et la réhydratation (dipersibilité). Pour procéder à une sélection judicieuse du procédé approprié, un certain nombre de critères physicochimiques ont été définis en rapport avec l'utilisation finale de la poudre. En effet, l'un des objectifs généraux du travail était de produire une poudre susceptible d'être utilisée comme source de vitamine A. De ce fait, le choix a porté dans un premier temps sur l'approche technologique permettant d'obtenir les poudres « AED » possédant la teneur en provitamine A la plus élevée c'est-à-dire la méthode d'ASB associée à l'éminçage et à la D2I. Cette approche permet également d'obtenir une meilleure coloration des mangues et une teneur élevée en vitamine C. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle conduit à l'obtention des poudres possédant une mauvaise capacité d'absorption d'eau et une faible teneur en sucres réducteurs et en minéraux.

IV. Conclusion générale

L'objectif de ce travail a été de développer des procédés d'obtention de poudre de mangue à partir de différentes techniques de séchage et de broyage. Les poudres obtenues ont ensuite été caractérisées en termes physicochimiques, biochimiques et fonctionnels. Il a ainsi été montré que :

- La forte teneur en eau des mangues est la principale cause de l'encrassement observé lors du broyage. Ce colmatage est causé par des modifications moléculaires, microstructurales et texturales.

- Le pré-broyage des mangues séchées suivi d'un nouveau séchage élimine l'encrassement et facilite le broyage des mangues séchées.

- L'éminçage et la déshydratation osmotique associés contribuent à l'augmentation de l'aptitude au broyage des mangues.

- L'association des prétraitements d'éminçage et de déshydratation osmotique à l'alternance de séchage et de broyage conduit à la combinaison d'effets bénéfiques c'est à dire la réduction du temps de séchage et l'augmentation du rendement de production respectivement.

- Le procédé de préparation influence les caractéristiques physicochimiques et fonctionnelles (rhéologie, réhydratation) de la poudre de mangue. C'est ainsi que l'utilisation de la déshydratation osmotique présente l'avantage de faciliter l'écoulement des poudres, d'augmenter leur taux de retention de provitamine A et de vitamine C, mais l'inconvenient de réduire leur capacité de réhydratation.

Ces résultats confirment les hypothèses de l'étude et permettent de proposer un procédé de préparation de poudre de mangue en 5 étapes à partir des mangues mûres (**Figure** 31). La première consiste en l'application de l'éminçage et la D2I à la mangue fraîche (1), la seconde en un séchage des mangues jusqu'en phase stationnaire (2), la troisième en un broyage modéré des tranches de mangue séchée obtenues (3), la quatrième en un séchage des granules issus du broyage des mangues séchées (4) et la cinquième en un broyage des granules de mangue séchée (5). Le trempage en solution sucrée, bien que contribuant à l'amélioration de la qualité de la poudre, est susceptible d'induire des coûts supplémentaires de production. Cette option devra sans doute déterminer le rapport qualité /prix de la poudre dans un contexte d'exploitation industrielle. C'est ainsi qu'on pourra distinguer les poudres ''haut de gamme'' (poudre AED et AD), et les poudres ''bas de gamme'' (poudre A et AE). L'une des améliorations technologiques de ce travail concerne le développement de l'alternance de séchage et de broyage et d'un nouveau modèle pour décrire le broyage des mangues.

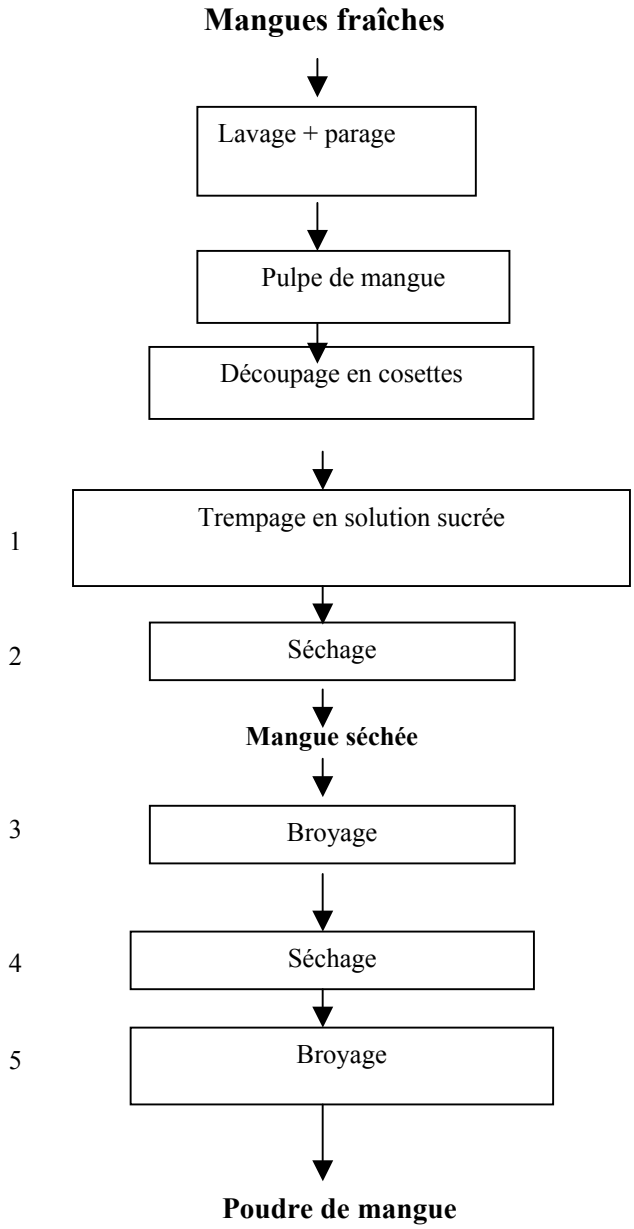


Figure 31 : Optimisation de la préparation de poudre de mangue**.**

En définissant un savoir-faire technologique pour la préparation d'une poudre riche en provitamine A, cette étude constitue une étape décisive dans la lutte contre l'avitaminose A dans les pays en développement. En effet, l'utilisation de la poudre développée dans la lutte contre l'avitaminose A apparaît comme une solution de proximité, peu coûteuse et efficace. Ce travail ouvre la voie à la valorisation de la mangue, fruit tropical dont le haut potentiel nutritionnel peut être mis à profit pour la création de valeur ajoutée. Cette valorisation passe entre autre par la formation de groupements de paysans à l'utilisation du procédé développé pour la réduction des pertes post-récoltes. Une autre option de valorisation est la création d'unités pilotes de fabrication de poudres de mangue dans les zones de grande production. Ces deux pistes de valorisation pourraient conduire au développement d'une filière mangue allant de la culture à la commercialisation de la poudre de mangue en passant par la transformation et la distribution. Le développement d'une telle filière constitue un enjeu économique majeur pour le Cameroun (création d'emplois, développement rural, contribution à l'amélioration des recettes fiscales de l'état, lutte contre l'exode rural) en particulier et pour les autres pays producteurs de mangues en général.

Néanmoins, ce travail n'est qu'une première étape dans l'élaboration d'une poudre de qualité, d'autres travaux sont encore nécessaires afin de mieux comprendre les differents mécanismes réactionnels entre les constituants de la poudre de mangue dans le but d'une meilleur valorisation. Ainsi, il serait intérressant d'étudier :

- L'évolution biochimique et microbiologique des poudres au cours du stockage.

Les isothermes d'adsorption des mangues ont permis de relever des interactions entre l'eau et la poudre de mangue au dessus d'environ 50 % d'humidité relative. Sous les tropiques, l'humidité relative est bien souvent au dessus de 50 % selon les zones. Il existe donc des risques de dégradation biologique et microbiologique des poudres qu'il convient de maîtriser. Cette maîtrise pourraît passer par le suivi de l'évolution des poudres au cours du stockage et le dévéloppement d'emballages adaptés à la poudre de mangue.

- La bio-disponibilité des constituants essentiels des poudres à l'instar des caroténoïdes (provitamines A).

La poudre de mangue représente un concentré de provitamine A. Seulement, la connaissance de la teneur en provitamine A ne suffit pas pour prédire la finalité nutritionnelle de la poudre. Il est admis que pour être ingérée par l'organisme, la provitamine A doit être

convertie en vitamine A. La biodisponibilité est une indication du taux de conversion de provitamine A en vitamine A. La connaissance de ce paramètre est essentielle si l'on se situe dans l'optique d'une formulation pour enfants par exemple.

- La formulation des jus.

La sédimentation a été observée lors de la dispersion de la poudre de mangue dans de l'eau. L'étude de la stabilisation du mélange poudre - eau est une étape indispensable dans la formulation de jus ou autre boisson à base de poudre de mangue

- Les modalités d'incorporation de la poudre dans les produits laitiers (yaourts, laits fermentés) ou dans des formulations de farines infantiles.

La poudre de mangue représente une source de vitamines A et C et mais aussi d'arôme naturel. Elle peut de ce fait être utilisée dans la formulation de nouveaux produits. A ce titre, les modalités d'incorporation doivent être étudiées selon les buts recherchés.

- L'application des approches technologiques développées pour la transformation en poudre d'autres fruits charnus comme l'ananas, la goyave, la papaye etc.….

De nombreux fruits tropicaux rencontrent des problèmes de conservation. Tout comme la mangue, la transformation en poudre peut constituer un important moyen de réponse au défit que représente leur conservation. Il serait aussi possible de mener des études sur d'autres fruits pour définir les modalités d'obtention de la poudre en s'inspirant des approches développées dans ce travail.

- Le dimensionnement et l'optimisation d'un broyeur à mangue.

Les modèles mathématiques sont généralement utilisés dans le dimensionnement des outils industriels. A ce titre des études pourraient être menées pour voir comment le modèle de broyage developpé dans ce travail peut être utilisé pour la conception d'un broyeur spécifique à la mangue.

Bibliographie

AACC., 1990. *AACC approved methods. American Association of Cereal Chemists*, 8 ème édition, St Paul, Minnesota, USA.

ABAC., 1997. Recettes culinaires à base de produits séchés au Burkina Fasso. GERES, 54 p.

APRIA., 1978. 2 ième salon International du génie Alimentaire, aspect énergétique. Paris. 69 p.

AFNOR., 1979**.** Détermination de l'aire massique ou volumique des poudres par perméabilimé trie, méthode de LEA et NURSE. NF X11-601. Paris : AFNOR, 14 p.

AFNOR., 1981. Granulométrie, vocabulaire. NF X11-630. Paris : AFNOR, 19 p.

Aguilera J.M., Levi J., Karel M., 1993. Effet of water content on glass transition and caking of fish protein hydrolysates. *Biotechnology Progress.* 9, 651-654.

Alamilla B.L., Chanona-Pérez J.J., Jiménez-Aparicio A.R., Gutiérrez-Lopez G.F., 2005. Description of morphological changes of particles along spray drying*. Journal of Food Enginneering.* 67, 179-184.

Amlan D., Rajamani K., 2002. A direct approach of modelling batch grinding in ball mills using population balance principles and impact energy distribution. *International Journal of Miner Process*. 64 181– 200.

Austin L.G., 1973. A commentary on the Kick, Bond and Rittinger Laws of grinding. *Powder Technology.* 7, 315–318.

Austin L.G., Klimpel, R.R., Luckie, P.T., 1984. *Process Engineering of Size Reduction: Ball Milling.* SME-AIME, New York.

Am J.C, 1995. *Antioxidant vitamins and β-carotene in disease prevention*. Nutrition. 62,6.

Amparo C., Pau T., 2005. Physical et chemical changes induced by osmotic dehydration in plant tissues. *Journal of food Engeneering*. 67, 167-177.

Bafodé B.S., 1988. Projet de transformation et de conditionnement des mangues à Boundiali en Côte d'Ivoire. SIARC (Section des ingénieurs alimentaires / région chaude Montpellier. 87 p.

Baluais G., 1998. *Caractérisation de la taille des particules.* Formation permanente 6ème circonscription de CNRS. Nancy 24-28 octobre 1998

Belinga M., 2000. *Rapport annuel d'activité 1999/2000*. Yaoundé : Délégation départementa le de l'agriculture du Mfoundi, MINAGRI, 44 p.

Bendech A.M., AKakpo A., Aguayo V., Baker S., Mbaye Diène S., Lathen L., Ouédraogo A., 2000. Les pratiques prometteuses et les leçons apprises dans la lutte contre la carence en vitamine A dans les pays de l'Afrique subsaharienne. *Publié pour l'Agence des Etats-Unis pour le développement international (USAID) par le projet Soutien à l'institutionnalisation de la survie de l'enfant (BASICS).* Arlington, VA, USA.

Bertiaux H. and Dodds J.A., 1997. A new estimation technique for the determination of breakage and selection parameters from bach grinding experiments. *Powder technolology*. 94 (2), 173-179.

Berton M.B., 2002. Hydratation par absorption de vapeur d'eau ou par immersion des farines de blé et leurs constituants. Thèse de Doctorat, ENSAIA- INPL (Nancy - France), 215 P.

Besuchet E. et Pury, DE.P., 1998. Guide pour la préparation des fruits tropicaux. Fédération internationale de la Croix Bleue, 77 p.

Bhetari B. R., Datta, N., Howes T., 1997. Product collapse during freeze-drying of liquid foods. *AICHE Symposium Series.* 69, 33-41.

Bhetari B.R., Semoussi A., Dumoulin E.D., Lebert A., 1993. Spray drying of concentrate fruit juices. *Drying Technology.* 6, 295-307.

Bimbenet J.J. et Guiblot A., 1966. Modifications physicochimiques et biochimiques au cours du séchage. *Chimie Industrielle Générale.* 86 (4), 925-936.

BIT., 1980. Conservation des légumes à petites échelles. Série Technologie. Dossier N° 13, 1è édition, Lavoisier. Paris 420 p .

Bohuon P., 1995. Déshydratation-Imprégnation par Immersion en solution Ternaires : Etude de transports d'eau et de soluté sur gel et produits d'origine animale. Thèse de doctorat. Université de Montpellier I, 216 p

Broadbent S.R. et Callcott, T.G., 1956. A matrix analysis of processes involving particle assembly. Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A 249, 99 - 123.

Bombara N., Anon M.C., Pilosof A.M.R., 1997. Funtional properties of modified wheat flours. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie.* 30, 441-447.

Bond F.C., 1952. The third theory of comminution. *Trans. AIME* 193, 484– 494.

Bond F.C., 1960. Crushing and grinding calculation. *Br. Chemistry Engeneering*. 6, 378-391.

Bouka R. et Malouala D., 1987. Valorisation de la confiture de mangue. SIARC (Section des ingénieurs alimentaire / région chaude). Montpellier, 23 p.

Brown R.L. et Richard J.C., 1970. Principles of powder mechanics. Pergamon Press, Oxford, 116 p.

Brunauer S., Emmet. P.H., Teller E., 1938. Adsorption of gaz in multimolecular layers. *Journal of the Chemical Society*. 60, 309-319.

Busin L., Buisson P., Bimbenet J.J., 1996. Notion de transition vitreuse appliquée au séchage par pulvérisation de solutions glucidiques. *Sciences des Aliments.* 16, 443-459.

Busin L., Mortazavi F., Bimbenet J.J., 1995. Etude expérimentale du séchage par atomisation de solution. *Industrie Alimentation et Agriculture.* 112, 485-489.

Chakkaravarthi A., Math R.G., Walde S.G., & Rao D.G., 1993. Grinding characteristics of carrots. *Journal of Food Engineering*. 20 (4), 381–389.

Chamayou A. et Fages J., 2003. Broyage dans les industries alimentaires. Technologie des pulvérilents dans les IAA.Techniques et Documentation, Lavoisier, Paris. P 375-405.

Campbell B.A. et Campbell CW., 1983. *Preservation of tropical food by drying.* Proceeding of the Florida State- Horticultural-Society. 93-229.

Carr R.L., 1965. Evaluating flow properties of solids. *Chemical Engineering*. 18, 163-168.

Cheftel J.C. et Cheftel H., 1980. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 1. Techniques et documentation, 3 ème édition. Lavoisier. Paris. 381 p.

Cheftel J.C., Cheftel H., Besançon P., 1983. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 2. Techniques et documentation, 4 ème édition. Lavoisier. Paris. 420 p.

Chen B.H., Peng,H.Y., Chen, H.E.,1995. Changes of carotenoids, colour et vitamins A contents during processing of carrot juice. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 43,1912–1918.

Cheng DCH, Farley R., Valentin FHH., 1968. The effect of particle size et interparticle force on the flow properties of powders. *Institution of chemical Engineers Symposium.* 29, 14-24.

Chen J.Y., Piya M., and Labuza T.P., 1984. Evolution of water binding capacity (WBC) of food fibers sources. *Journal of Food Science*. 49, 59-63.

Chou, Chua K.J., 2001. New hybrid drying technologies for heat sensitive foodstuffs. *Food Science et technology*. 12, 359-369.

Dabhade R.S. et Khedar DM., 1980. Studies of drying and deshydration of raw mangoes for preparation of mango powder VI. Changes in chemical constituents of raw mango powder during storage. *Indian Food Packer.* 34 (3) : 42-47.

Deschault D.M., 1991. Axial compression into a die as a model for studying the granulation of feed powders. Application to the study of moisture content and particle size effect. *Science des aliments*.17, 253-269.

Desmorieux H., 1992. Le séchage en zone subsaharienne : une analyse technique à partir des réalités géographiques et humaines. Thèse présentée à l'INPL (Institut National Polytechnique de Lorraine). Nancy, France. 234 p.

Didier C., 1988. Programme de travail, opération 302 MRS/ IRFA. In. Projet de transformation et conditionnement des mangues en Côte d'Ivoire. SIARC. Montpellier. 80 p.

Dirksen J. et Ring T., 1991. Fundamental of crystallization, kinetic effects of particle size distribution and morphology. *Chemical Engeneering Science.* 46 (16), 2389-2427

Djantou E.B., 2002. Valorisation de la mangue séchée : Etude des modes de production et évaluation des jus à base de mangue séchée *(Manguifera indica*). Mémoire de D.E.A (Diplôme d'Etude Approfondie), 72 p.

Djantou EB., Mbofung CM, Scher J., Kameni A., 2004a. *Etude de la production de poudre à partir des tranches de mangue séchée (Mangifera Indica).* Récents Progrès en Génie des Procédés. Sciences et Technologie des Poudres. Vol 91, Lavoisier, Paris.

Djantou N.E.B., Mbofung C.M.F., Scher J., Kameni A., 2004b. Influence du procédé de production de poudre de mangue (*Mamguifera indica*) sur quelques caractéristiques chimiques et nutritives. Rencontres AGORALES. Nov/Déc 2004 / Nantes, France.

Dubois M., Gilles AK., Hamilton JK., Ribers PA., et Smith F., 1956. Colorimetric method for determination of sugars et related substances. *Chemistry.* 28, 350-356.

Duverneuil,G.,1989. Identification des problèmes de valorisation en transformation artisanale ou industrielle des principales fruits et légumes du Tchad. Institut de recherche sur les fruits et agrumes. Paris, pp 12-31.

Dodds J.A., 1999. *Granularité des poudres (taille et forme).* In Récents progrès en génie des procédés. 13 (63), 21-25

FAO., 1998. *Requirement of vitamine A, Iron, Folates et vitamine B12.* Repport of a Joint FAO.WHO expert Committee. FAO Food et Nutrition Series N° 23. Rome.

FAO., 2004. FAO Data Base.

Fayed M.E., 1984. Hanbook of powder science et technology. p 230-335

Food Chem., 1953. Chemistry of browning reactions in model systems . *Journal of Agriculture.* 1, 928-943

Fisher E.H. et Stein. E.A., 1961. Biochemical préparation. 8-30.

Freudig B., Hogekamp S., & Schubert H. (1999). Dispersion of powders in liquid in a stirred vessel. *Chemical Engineering and Processing*. 38, 525-532.

Fitzpatrick J.J. et Ahrné L., 2005. Food powder handling and processing: Industry problems, knowledge barriers and research opportunities. *Chemical Engineering and Processing.* 44, 209–214.

Gaiani C., 2006. Etude des mécanismes de réhydratation des poudres laitières : influences de la structure et de la composition des poudres. Thèse présentée à l'INPL, 209 P.

Gangopordhyay H., Chndhuri D.R., Makergee S., 1976. Dehydration of green mango pulp in double drum drier. *Indian Food Parker*. 30 (5), 51-53.

Garcia-Martinez E., Martinez-Monzo J., Camacho M.M., Martinez-Navarette N., 2002. Characterisation of reused osmotic solution as ingredient in new product formulation. *Food research International*. 35, 307-313.

Gayot A., et Traisnel M., 1984. *Détermination des aires massiques et volumiques. In Poudres et formes unitaires obtenues par division ou agglutination.* Technique et Documentation Lavoisier. 6, 88-91.

Genin N. et René F., 1995. Analyse du rôle de la transition vitreuse dans les procédés de conservation agro-alimentaire. *Journal of food Engineering.* 26, 391-407.

Giangiacono R., Tarreggiani D., Abbo E., 1987. Osmotic dehydration of Fruit. Part I. Sugar exchange between fruit and extracting Syrups. *Food process preservation.* 11,183-195.

Giraldo G., Talens P., Fito P., Chiralt A., 2003. Influence of sucrose solution concentration on Kinetics and yield during osmotic dehydration of mango. *Journal of Food Engineering.* 58, 33-43.

Goswami T.K. and Manish Singh., 2003. Role of feed rate and temperature in attrition grinding of cumin. *Journal of Food Engineering.* 59, 285–290

Gumtz G.D. and Fuerstenau D.W., 1970. Simulation of locked-cycle grinding. *Trans.SME/AIME*. 247, 330– 335.

Graindorge P., 1992. Contribution à l'étude par analyse des données des modes d'action des additifs d'écoulement pulvérulents en mélange avec des poudres alimentaires. Thèse ENITIAA, Nantes.

Guyomars H.F., Warin F., Muir D.D., Leaver J., 2000. Lactosilation of milk proteins during the manufacture and storage of skim milk powders. *International Dairy Journal.* 10, 863-872.

Hardy J., 1999. Interactions de l'eau avec les constituants et propriétés d'hydratation des ali - ments : une introduction, dans les produits alimentaires et l'eau. Onzième rencontres AGORALES, Nantes. Edition Techniques et Documentation, Paris. 11-33.

Herbst J.A., 1979. In: Sohn, H.Y., Wadsworth, M.E. (Eds.), Rate Processes of Multiparticle Metallurgical Systems, Rate Processes of Extractive Metallurgy, Plenum Press. 61–74.

Herbst J.A. and Fuerstenau, D.W., 1980. Scale-up procedures for continuous grinding mill design using population balance modèles. *International. Journal. of Miner Process.* 7, 1– 31.

Herbst J.A., Rajamani, R.K., 1982. In: Mular, A.L., Jergensen, G.V. (Eds.), Developing a Simulator for Ball Mill.

Hymavathi T.V., Vijaya K., 2005. Carotene, ascorbic acid and sugar content of vacuum dehydrated ripe mango powders stored in flexible packaging material. *Journal of Food Composition and Analysis.* 18, 181–192.

IFTS., 1994. *Granulomètres et compteurs de particules*. Inventaire des appareils disponibles en France de l'Institut de Filtration et des Techniques Séparatives, Agen.

Ilari J.L., 1998 a. De la granulométrie aux propriétés d'usage dans l'industrie agro - alimentaires. Congrès national de granulométrie appliquée MALVERN. Marseille, mai 1998.

Ilari J.L., 1998 b. La granulométrie, un outil réel pour la maîtrise des technologies et des procédés sur poudres. Congrès national de granulométrie appliquée. C.N.A.M. Paris, Juin 1998.

Ilari J.L., 2003. Dispersion des poudres et systèmes particulaires solides en formulation des aliments. Technologie des pulvérulents dans les IAA.Techniques et Documentation, Lavoisier, Paris. 547-574.

Indira T.N., Bhattacharya S., 2005. Grinding characteristics of some legumes. *Journal of Food Engineering*. accepted 27 april 2005. In press

Indrani D., et Venkateswara Rao G., 2002. Effect of chemical composition of wheat flour and functional properties of dough on the quality of south Indian parotta. *Food Research International*. 33 (10), 875-881.

Jiokap N.Y., Nuadge GB, Raoul-Wack AL, Giroux F., 2001. Déshydratation - Imprégnation par Immersion de rondelles de mangue (*Manguifera Indica*) : Influence de la température et de la concentration de la solution sur les cinétiques de certains éléments constitutifs du fruit. *Fruit.* 56, 163-177.

Jouppila K., Kansilas J., Roos Y.H., 1997. Glass transition, water plasticization, and lactose crystalisation in skim milk powder. *Journal of Dairy Science* 80, 3157-3160.

Kalra SK., 1981. Storage problems of solar dehydrated peas. *Indian Food Packer*. 35 (4), 16-29.

Kaméni A., Mbofung C.M., Ngatam Z., Doassem J., Hamadou L., 2003. Aptitude au séchage des fruits de quelques variétés de manguiers cultivés au Cameroun. *Fruits.* 58, 89-98.

Kansci G., Koubala BB., Mbome LI., 2003. Effect of rippeneing on the composition and suitability for jam processing of different varieties of mango (Mangifera Indica). *African Journal of Biotechnology.* 2 (9), 301-306.

Katz E.E. and Labuza T.P., 1981. Effect of water activity on the sensory cripness and mecanical deformation of snack food products. *Journal of Food Science.* 46, 403-409.

Kenmegne K.A.T., Hardy J., 1998. Influence of Various Conditions on Meat Grinding Characteristics. *Journal of Food Engineering.* 25,179-196.

Khahl-MA., Sial-MB ., 1974. Spray drying of mango juices powder. *Mesopotamia-journal of Agriculture.* 9 (1/2), 47-56.

Kleiber A. and Bagnato A., 1999. Colour stability of paprika and chili powder. *Food Australia.* 51 (12), 592-596.

Kneifel W., Abert T., and Luf W., 1990. Effect of wheat flour pentosans in dough, gluten, and bread. *Cereal Chemistry*. 49, 489-491.

Kneifel W., Paquin T., Abert T., and Richard J.P., 1991. Influence of preheating skim milk on water-holding of special regard to milk to milk proteins and methodological aspect-A review. *Journal of Dairy science*. 74 (4), 2027-2041.

Krokida M.K. and Marinos-Kouris., 2003. Rehydration kinetics of dehydrated products. *Journal of Food Engineering. 57, 1-7.*

Kwade A., 2004. Mill selection and process optimization using a physical grinding modele. Int. J. Miner. Process. *Internationa Journal of Mineral Process.* 74 S93–S101

Labuza T.P. and Lewicki P.P., 1978. Analysis of the water-binding in gel. *Journal of Food Science*. 44, 1379-1385.

Lam KK. et Newton JM., 1992. Effect of temperature on particulate solid adhesion to a subtrate surface. *Powder technology* .73, 267-274.

Lamiot E., Pouliot M., Leubeuf Y., and Paquin P., 1998. Hydration of whey powders as determined by different methods. *Journal of food science.* 44, 789-792.

Laville E., 1994. La conservation des fruits tropicaux après récolte. CIRAD , Montpellier. 190 p.

Lavialle E., 1993. Du séchage d'une noix aux procédures de gestion d'un séchoir : analyse en terme de qualité et d'énergie. Thèse de doctorat. Science des aliments. Université de Bordeaux. 124 p.

Laroussilhe D.F., 1980. Le manguier. Collection Techniques Agricoles et Productions Tropicales G.P, Maisonneuve et Larose, Paris, volume 29, 312 p.

Le Meste M., et Chiotelli E., 2002. Interaction entre l'eau et les autres constituants alimentaires. Rôles dans la conformation, l'état d'association, la solubilité et la fonctionnalité des molécules. Dans « l'eau dans l'aliment », Le Meste M., Lorient D., et Simatos D., Editions Technique et Documentation, Paris, 447-495.

Lenart. A., Flink JM., 1984. Osmotic concentration of potato. I. Spatial distribution of the osmotic effect. *Journal of Food Technology.* 19, 65-89.

Lewicki P.P., 1998. Effect of pre-drying treatment, drying and rehydration on plant tissue-a review. *International Journal of Food Properties,* l (l), l-22.

Lewicki P.P., 1998. Some remarks on rehydration of Dried Foods. Journal *of Food Engineering.* 36, 81-97.

Lin T.M., Durance T.D., Scaman C.H., 1998. Characterisation of vacuum microwave, air and freeze dried carrots slices . *Food Researh Internationnal* 31, 111-117.

Malchev E., Chenov N.S., Ioncheva N.I., Tanchev S.S., Kalpakchieva K.K., 1982. Quantitative changes in carotenoïds during the storage of dried red pepper powder. *Nahrung.* 26, 415-418.

Martine F., 1993. Transformer les fruits tropicaux. Collection le point sur les technologies. Edition du GRET, Ministère de la coopération, CTA, ACCT. Paris. 222 p.

Mathlouthi M. and Rogé B., 2003. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. *Food Chemistry*. 82, 61-71.

McCabe W. L., Smith, J. C., and Harriott, P., 1993. Unit operations of chemical engineering, library of congress cataloging-in-publication data (5th ed.). 29. 960–965.

Mercadante A.Z., Rodriguez-Amaya D.B., Britton G., 1997. HPLC and mass spectrometric analysis of carotenoids from mango. *Journal of Agriculture and Food Chemistry. 45*, 120-123

Miller B.S., Afework, S., Hugher, J.W., & Pomavanz, Y., 1981. Wheat harden times required to grind wheat with brabender automatic microharder tester. *Journal of food Science.* 46 (6), 1863-1865.

Mircea E D., 1995. *Fruit and vegetable processing flow-sheets.* FAO Monfavet. (Energie renouvelable et environnement / étude- développement- recherche.). Provence. Edition du GRET, Ministère de la coopération, CTA, ACCT. Paris. 3-4. 222 p.

Moutonnet B., 1977. Etude de l'enracinement de quelques arbres fruitiers sur sol ferralitique brun profond. *Fruits.* 32 (5), 521-333.

Morin V., Trichaiyaporn S., Steinmetz D., Baxerres JL., Laguerie C., 1995. Séchage du sucre en lit fluidisé. *Entropie.* 191, 47-48.

Mourad M., Hemati M., Laguerie C., 1995. Séchage du mais en lit fluidisé à flotation. Partie 1. Etude expérimentale de la cinétique de séchage. *Chem Eng J* 59, 221-228. Partie 2. Modélisation de la cinétique de séchage, *Chemistry Engineering Journal* 60, 39-48.

Nanjumdaswamy-A.M., Shelly-GR., Saraja-S., 1976. Studies on the development of new products from Mango. *Indian food packer.* 30 (5), 95-103.

Niedek E.A., 1976. Problème de broyage mélange et agglomération avec exemples en sucrerie, confiserie et chocolaterie. In : Caractéristiques de surface des poudres alimentaires. Technologie des pulvérulents dans les IAA.Techniques et Documentation, Lavoisier, Paris. 196 p.

Okos M.R., Narishma G., Singh R.K., Weitnauer A.C., 1992. Food dehydration. In *Hanbook of food engineering* New York: Marcel Dekker, 437-562.

OMS., 1995. *Global prevalence of vitamin A deficiency. Micronutrient deficiency information systeme*. MDIS working paper N° 2, World Heath Organisation, Geneva.

Papadakis S.E., and Bahu R.E., 1992. The sticky issues of drying. *Drying Technology*. 10 (4), 817-837.

Peleg M., 1977. Flowability of food powders and methods for its evaluation. *Journal of Food Process Engineering.* 1, 302-28.

Peiro R., Dias V.M.C, Camacho M.M, Martinez N., 2005. Micronutrient flow to the osmotic solution during grapefruit osmotic dehydration. *Journal of Food Engineering,* 74, 299 - 307.

Pelletier M., 1999. Application de la spectroscopie infrarouge à l'étude de l'organisation de l'eau aux interfaces: Le cas des philo silicates. Thèse INPL, Nancy, 375 p.

Perking-Elmer., 1976. Analytical Methods for Atomic Absorption: Spectrophotometry.

Pezolet M., Bonenfany S., Dousseau F., Popineau Y., 1992. Conformation of wheat gluten proteins : Comparaison between functional and solution state as determined by infrared spectroscopy. *Federation of european biochemical Societies*. 299, 247-250.

Pietsch W., 1991. Fundamental of Agglomeration. In : Size enlargement by agglomeration. Chischester : Wiley. 10-30.

Pilosof A.M.R., Boquet R., Bartholomai G.B., 1985. Kinetic of water uptake by food powders. *Journal of Food Science*. 50, 278-279.

Pons M.N., Vivier H., Belaroui, K., Bernard-Michel B., Cordier F., Oulhana D., Dodds J.A., 1997. Particle morphology: from visualisation to measurement, *Power Technology.* 103, 44-57.

Provent B., 1990. Etude technologique d'une poudre posant des problèmes de mottage lors de son stockage en silo. Thèse : Grenoble I, Université Joseph Fourier.

Quinn J.R., and Paton D., 1979. A practical mesurement of water hydration capacity of protein materials. *Cereal Chemistry.* 56 (1), 38-40.

Raghavendra S.N., Ramachetra S.S.R., Rastogi N.K., Raghavarao K.S.M.S, Sourav K., Tharanathan R.N., 2005. Grinding characteristics et hydration properties of coconut residue: A source of dietary fiber. *Journal of Food Engineering.* In press.

Rasper V.F., and Deman J.M., 1980. Mesurement of hydration capacity of wheat flour/starch mixtures. *Cereal Chemistry*. 57, 27-31.

Ren X., Kuhlenkötter B.., Muller H., 2005. Simulation and verification of belt grinding with industrial robots. *International Journal of Machine Tools and Manufacture.* 1–9.

Rey J.Y., Thierno M.D, Henri Vannière., Christian Didier., Sidiki Kéita., Morodjan Sangaré., 2004. La mangue en Afrique de l'Ouest francophone. *Fruits.* (59) 121-129.

Rojas A.M., et Gerschenson L.N., 2000. Ascorbic acid destruction in aqueous model system: an additional discussion. *Journal of the Science of Food et Agriculture.* 81, 1433-1439.

Roos Y. and Karel M., 1991. Phase transitions of mixture of amorphous polysaccharide sugars. *Biotechnology progress*. 7, 49-53.

Roos Y.H., 1995. Glass transition-related physicochemical changes in foods. *Food Technology*. 97-102.

Rozis J.T., 1995. Sécher les produits alimentaires. Techniques, procédés, équipements. Col lection le point sur. Edition GRET, CF, CTA, GERES, FAO. Paris. France. 344 p.

Seguchi M., Hayashi M., and Matsumoto H., 1997. Effet of wheat protein on pH-dependent water binding capacity and viscosity of wheat taillings fractions. *Cereal Chemistry*. 74 (4), 384-388.

Saliha E., Sahin M.G., Selahattin., 2005. The effects of cutting an drying medium on the vitamin C content rosehip during drying. *Journal of food Engineering.* 68 (4), 513-518.

Servais C., Jones R., Ian R., 2002. The influence of particle size distribution on processing of food. *Journal of Food Engineering.* 51, 201-208.

Scher J., Da Costa J.M.C., Hardy. J., 1998 a. *Influence de la granulométrie sur les propriétés d'écoulement de la farine de blé.* Deuxième colloque solides divisés, Lyon. 291-298.

Scher J., 1998 b. Rhéologie, texture et texturation des produits alimentaires. Techniques de l'Ingénieur. F2, F 3 300.

Sibetcheu. D., NanKap. M., Kollo. B., 1999. La carence en vitamines A au Cameroun : épidémiologie, traitement et prévention. OCEAC Bulletin doc. 32 (4).

Siddappa G.S., Nanjundaswamy A.M., 1960. Food technology, 533 537.

Singh K.K., 1967a. Climate and cultivation. The mango. In. Projet de transformation et conditionnement des mangues en Côte- d'Ivoire. SIARC. Montpellier. 80 p

Singh K.K., 1967 b. *Climate et cultivation*. The mango. A hand book. Indian council of agricultural research, New- Delhi. 70-88. Tropicales. G.P, Maisonneuve et Larose, Paris 5 ème, volume 29, série technique agricole et production tropicale, 312 p.

Stubberud L. and Forbes R.T., 1998. The use of gravimetriy for the study of the effect of additives on the moisture-induced recrystallisation of amorphous lactose. *International Journal of pharmaceutics.* 163, 145-156.

Subramaman V., Sharma T.R., Nahth, H., 1976. Freeze dehydration of mango as pulp and as a ready to serve beverage. *Indian Food Paker.* 30 (5), 70-75.

Soumah BB., 1988. Projet de transformation et de conditionnement des mangues à BoundiaI en Côte d'Ivoire. SIARC (Section des Ingénieurs Alimentaire / région chaude). Montpellier. 80 p.

Temple L., 2001. Quantification des productions et des échanges de fruits et légumes au Cameroun, *Cahier d'Agriculture*.119 (10), 87-94.

Thomas M., Scher J., Desobry S., 2004. Lactose/ β-lactoglobulin interactions during storage of model whey powders. *2nd International Symposium on spray drying of milk products.* October, 40-43.

Tomohiro. S., 1990. Laboratory Manual for Food Analysis. In. The technical cooperation project of the Jomo Kenyatta Universty College of Agriculture et Technology. 68 p.

Tsourouflis S., Flink J.M., Karel M., 1976. Loss of structure in freeze-dried carbohydrates solutions : effect of temperature, moisture content and composition. *J. Science and Food Agricultulture.* 27, 509-519.

Unver E., et Mc Donald C.E., 1976. Water absorption of flour fractions from spring wheat. *Bakers Digest.* 50, 19-23.

UNIFEM,1989. Transformation des fruits et légumes. UNIFEM. New- York. 73 p

Van Hook A., 1959. In Honig P., Ed 2. Principles of Sugar Technology, *Amsterdam Elsevier.* 113-149.

Velu V.A., Nagender P.G., Probhakara Rao D.G., 2005. Dry milling characteristic of microwave dried maize grains (*Zea mays* L.). *Journal of Food Engineering.* 74, 30 - 36.

Vinh T., Bhesh R., Bhandari and Howes, T. (2004). Optimization of cocurrent spray drying process for sugar-rich foods. Part II - Optimization of spray drying process based on glass transition concept. *Journal of Food Engineering*. 71, 66–72

Walde S.G., Balaswamy K., Shivaswamy R., Chakkaravarthi A., 2003. Microwave Drying and Grinding Characteristics of Gum Karaya. *Journal of Food Engineering.* 31, 305-3 I3

Walde S.G., Balaswamy K., Shivaswamy R., Chakkaravarthi A., Rao D.G., 1997. Microwave drying and grinding characteristics of Gum karaya (Sterculia urens). *Journal of Food Engineering.* 31 (3), 305–313.

Walde S.G., Balaswamy K., Velu V., Rao, D. G., 2002. Microwave drying and grinding characteristics of Wheat (Triticum aestivum). *Journal of Food Engineering*. 55, 371-376.

Résumé

La mangue représente une source naturelle de provitamine A pouvant être utilisée dans la lutte contre l'avitaminose A. Ce travail a été effectué dans le but de développer un procédé de préparation de poudre de mangue par des techniques de séchage et de broyage généralement employées sous les tropiques pour la production de poudre. Le travail a également consisté en l'étude des caractéristiques physicochimiques et fonctionnelles des poudres préparées. Les résultats ont montré que la teneur en eau est responsable de l'encrassement lors du broyage des mangues. L'association de l'émincage et de la déshydratation osmotique à l'alternance de phase de séchage et de broyage permet d'éviter l'encrassement et d'obtenir des rendements élevés de poudre. Le broyage des mangues décrit un modèle sigmoïdal qui permet de relier le temps de broyage à l'énergie, la distribution des particules, l'aptitude et le rendement de broyage. Il a été montré que les caractéristiques biochimiques des poudres sont significativement influencées par le procedé ($p<0,05$). Il a été également relevé que l'utilisation de prétraitements d'émincage et de déshydratation osmotique conduisent à une augmentation du rendement de broyage de 50 %. Les mêmes observations ont été effectuées avec la méthode d'alternance de phase de séchage et de broyage permettant d'obtenir des rendements proches de 68 %. La modification de la composition biochimique des poudres affecte leurs caractéristiques physiques. En modifiant les caractéristiques physicochimiques des poudres, il est apparu que le procédé de production influence leurs propriétés d'usage telles que la rhéologie et la réhydratation. Il est globalement ressorti de cette étude que la méthode par alternance de phases associée à l'émincage et à la deshydratation osmotique est l'approche technologique permettant d'obtenir la poudre possédant la teneur la plus élevée en provitamine A et en vitamine C. Cette approche permet également d'obtenir un meilleur écoulement des poudres.

Abstract

Mango is a natural source of provitamin A that can be used to fight against vitamin A deficiency, a serious problem in developing countries. The objective of this work was to elaborate a process for mango powder preparation based on drying and grinding technics generally used in subsaharan areas for powder processing. The work also studied the effect of biochemical, physicochemical, rheological characteristics and rehydration properties of mango powder. Concerning powder production, it has been shown that mango grinding ability varies according to their moisture content. It has been observed that slincing and osmodrying reduces mango moisture content and increases their grinding yield. Increasing in dried mango grinding ability was characterised by particles sizes and grinding energy reduction and a higher grinding yield. The highest grinding yield (90%) and the lowest energy consumption was obtained with a combined process that associates slicing, osmotic dehydration with alternating drying and grinding. It has been shown that the process modified the biochemical composition, the physicochemical characteristics and functional properties of powders. In general, the alternating drying and grinding method associated with slicing and osmodrying appears to be the best technological approach for powder processing from ripe mango. This method leads to powder with better rheological properties and high Vitamin A and C contents.

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Jean Luc ILARI, Professeur, ENITIAA, Nantes

Monsieur Joseph NGALANI, Directeur de Recherche, IRAD, Yaoundé, Cameroun

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur ELIE BAUDELAIRE Djantou

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Optimisation du broyage des mangues séchées (manguifera indica *var Kent*) : influence sur les propriétés physicochimiques et fonctionnelles des poudres obtenues"

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : **« Procédés biotechnologiques et alimentaires »**

Fait à Vandoeuvre, le 02 novembre 2006
Le Président de l'I.N.P.L.,
L. SCHUFFENECKER

Par délégation
Le Secrétaire Général,

J.Y. RIVIERE

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55