



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET
POPULAIRE MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT
SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ ABDELHAMID IBN BADIS – MOSTAGANEM



Filière : Sciences agronomiques

Spécialité : Nutrition et Sciences des Aliments

THÈSE

PRÉSENTÉE POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
DOCTORAT 3^e CYCLE LMD

Présentée par :

Mme : AIDAT OMAIMA

THÈME

**Valorisation des coproduits d'industrie d'abattage
avicole : production de la gélatine et application**

Devant le jury :

Président	CHERIGUENE Abderrahim	Pr	Université de Mostaganem
Directeur de thèse	BELKACEMI Louiza	Pr	ESA-Mostaganem
Co-directrice de thèse	Belalia Mahmoud	MCA	Université de Mostaganem
Examineur	Ait Saada Djamel	MCA	Université de Mostaganem
Examineur	IDOUI Tayeb	Pr	Université Jijel

Laboratoire de Technologie alimentaire et Nutrition

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

Je commence par exprimer ma profonde gratitude envers Dieu pour avoir préservé ma santé et m'avoir doté des moyens nécessaires pour réussir ce travail.

Je tiens à adresser mes sincères remerciements à Madame Belkacemi L, professeur à l'École Supérieure d'Agronomie de Mostaganem, pour son aimable encadrement. Sa bienveillance, sa bonne humeur et la qualité exceptionnelle de ses conseils et orientations à toutes les étapes de ma thèse ont été inestimables. Sa patience, sa rigueur et sa disponibilité ont grandement contribué à mon accomplissement.

Mes remerciements se tournent également vers Monsieur Belalia M, maître de conférences A à l'université de Mostaganem, mon co-directeur de thèse, pour sa contribution essentielle à mes recherches. Son expérience et ses compétences m'ont été d'une grande utilité. Je le remercie pour ses conseils avisés, ses corrections et son soutien bienveillant qui ont été déterminants pour la réussite de ce travail.

Je tiens particulièrement à exprimer ma gratitude envers Monsieur Khairi Zainol, docteur de l'Université malaisienne (UMT), pour son soutien constant et ses efforts inlassables qui ont enrichi mon expérience et contribué à la réalisation fructueuse de mes études. Je remercie chaleureusement M. Zamzohaila Ben Zainol pour m'avoir offert l'opportunité d'effectuer mon stage au sein du laboratoire Food Technology Program Laboratory, University of Malaysia, Terengganu, Malaysia.

Mes remerciements vont à Prof Boudroua Kaddour et Dr Litim Miloud pour avoir facilité mes recherches au sein du laboratoire de biotechnologie appliquée à l'agriculture et à la préservation de l'environnement de l'École Supérieure d'Agronomie de Mostaganem. Je remercie également le Laboratoire Technologie Alimentaire et Nutrition de l'université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, en Algérie, pour leur soutien indispensable.

Je tiens à adresser mes remerciements sincères à M. Ait Saada Djamel, directeur du laboratoire de Technologie Alimentaire et de Nutrition, pour m'avoir accueillie dans son équipe et pour son suivi attentif de mes travaux.

Mes remerciements vont également à l'unité industrielle ORAVIO de Mostaganem, à M. Kais Djebali de l'ingénierie en chef (chimie industrielle), au Centre National de Recherche en Sciences des Matériaux à Tunis pour leur appui précieux.

Je tiens à remercier les ingénieurs du laboratoire de l'unité de transformation Hadna à M'Sila ainsi que toutes les personnes qui ont collaboré avec moi pour leur contribution essentielle.

Enfin, j'exprime ma reconnaissance envers le Département de Science, Technologie et Ingénierie Alimentaires de l'Université de Téhéran en Iran, ainsi que le Département de Protection des Plantes de la Faculté d'Agriculture de l'Université de Damas en République arabe syrienne, pour leur apport à mon travail.

Mes plus sincères remerciements vont aux membres du jury pour leur précieuse contribution à l'évaluation de mon travail. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude au Professeur CHERIGUENE Abderrahim pour la présidence et son expertise inestimable de ma thèse. Mes remerciements vont également à mes Professeurs, M. IDOUI Tayeb et M. Ait Saada Djamel, dont les conseils avisés et l'examen attentif vont grandement enrichir mon travail. Leurs suggestions pertinentes seront d'une valeur inestimable pour moi.

Avec mes salutations respectueuses, AIDAT Omaïma

Dédicaces

Je désire dédier ce travail à plusieurs personnes qui occupent une place spéciale dans mon cœur.

Tout d'abord, je souhaite adresser cette dédicace à mes parents, Mohamed et Fatiha, pour lesquels ce travail est une expression de ma gratitude. Leur amour indéfectible, leur soutien inestimable et leurs encouragements constants ont illuminé mon chemin, en particulier durant mon parcours académique.

À mon époux, Nadir, va également cette dédicace avec une profonde reconnaissance. Son soutien inconditionnel et son désir constant de mon épanouissement ont été pour moi une source inépuisable de réconfort et de motivation.

Je désire également dédier ce travail à mes précieuses princesses, Malak et Maria, dont la présence illumine chaque jour de ma vie et fait naître ma fierté et ma joie.

À toute ma famille, ainsi qu'à ma belle-famille, je souhaite exprimer ma gratitude pour leur constante présence et leur soutien inébranlable. Leur solidarité a été une source inestimable de force et d'encouragement.

Mes amis, compagnons fidèles tout au long de mon parcours, méritent une mention spéciale. Leur soutien constant et leur motivation sans faille ont été des piliers essentiels de mon succès.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail. Leurs conseils avisés, leurs encouragements sincères et leur aide précieuse ont grandement enrichi la qualité de ce travail.

Je reconnais que mes paroles ne sauraient couvrir chaque personne qui a croisé mon chemin, mais je tiens à exprimer ma gratitude envers tous ceux qui ont fait partie de cette aventure et qui ont marqué mon parcours de leur présence bienveillante.

ملخص

يهدف هذا البحث إلى تحسين استخراج الجيلاتين من مزيج من منتجات الثانوية للدجاج (رؤوس وأرجل) وتوصيف خصائصها الريولوجية والنسجية المذاقية والهيكلية لاحتمالية استخدامها كعامل تجميع في طبق التحلية. تم تحسين تركيز حمض الخل (2، 3.5، و 5٪)، ودرجة حرارة الاستخراج (55، 65، و 75 درجة مئوية)، ومدة الاستخراج (2، 4، و 6 ساعات) باستخدام تصميم تجريبي تاجوتشي L27 ومنهجية سطح الاستجابة (RSM)، مع مراعاة نسبة الاستخراج، واللزوجة، ومؤشر النشاط التشتتي، وقدرة التثقيب كاستجابات. تم اختبار الجيلاتين المستخرج من مزيج منتجات الدجاج المعالج مع 3٪ (CBBG3) أو 5٪ (CBBG5) من حمض الخل لتحليل تركيبها القريب، وقوة الجيل، ولمسها، وتركيب الأحماض الأمينية (باستخدام HPLC). تم استخدام طرق تحليلية متنوعة (SEM، FTIR، SDS-PAGE) لدراسة الهيكل الجزيئي والخصائص الحرارية للجيلاتين (باستخدام DSC). تمت دراسة اقتصادية تقنية. تم اختبار CBBG3 كبديل للكاراجينان في طبق التحلية بمعدلات تضمين مختلفة (3.5، 4.5، و 5%). تم تقييم الجودة الميكروبيولوجية للجيلاتين والمنتج النهائي. الظروف الأمثل التي أفضت إلى الجيلاتين ذو العائد الأعلى (10.97٪) وأفضل لزوجة (3.36 ميلي بسكال/ثانية) وخصائص رغوة وتشتيت أفضل (45.07٪ و 24.22 متر مربع/غرام، على التوالي) كانت درجة حرارة الاستخراج عند 75 درجة مئوية لمدة 6 ساعات بعد معالجة المزيج من المنتجات الفرعية بنسبة 3٪ من حمض الخل. أظهرت CBBG3 أعلى قوة تجميع (Bloom 00.0 ± 204.91) وصلابة ولزوجة للتصاق ومرونة. كانت CBBG3 أكثر استقراراً حرارياً ببنية أكثر نعومة وأقل تموجاً مقارنة بـ CBBG5. تقدم تكلفة إنتاج الجيلاتين القائم على منتجات الدجاج ميزة اقتصادية بنسبة 70٪ مقارنة بالجيلاتين المنتج من نفايات الأغنام والأبقار. أسفر استخدام CBBG3 بنسبة 4.5% عن طبق التحلية حسيًا قابل للمقارنة بمنتجات الكاراجينان التجارية. كانت النتائج الميكروبيولوجية للجيلاتين والمنتج النهائي مرضية. الجيلاتين المنتجة من مزيج منتجات الدجاج في الظروف الأمثل تظهر خصائص ريولوجية وتقنية جيدة، مما يجعلها مناسبة للتضمين في كريمات الحلوى وربما في تطبيقات أخرى للأغذية.

الكلمات الرئيسية: جيلاتين، مزيج منتجات الدجاج، تصميم تاجوتشي، RSM، خصائص تقنية ووظيفية، طبق التحلية.

Résumé

Cette recherche vise à optimiser l'extraction de la gélatine à partir du mélange de sous-produits de poulet (têtes et pattes) et à caractériser ses propriétés rhéologiques, texturales et structurales en vue d'une application comme gélifiant dans une crème dessert. La concentration d'acide acétique (2, 3,5 et 5 %), la température d'extraction (55, 65 et 75 °C) et la durée d'extraction (2, 4 et 6 h) ont été optimisées à l'aide du plan d'expérience Taguchi L27 et de la MRS en considérant le rendement d'extraction, la viscosité, le pouvoir émulsifiant et la capacité de moussage comme réponses. Les gélatines extraites du mélange de sous-produits traités avec 3 % (GMSP3) ou 5 % (GMSP5) d'acide acétique ont été testées pour leur composition proximale, force de gel, profil de texture et la composition en acides aminés (HPLC). Diverses méthodes analytiques (IRTF, MEB, SDS-PAGE) ont été utilisées pour étudier la structure moléculaire et les propriétés thermiques des gélatines (DSC). Une étude technico-économique a été réalisée. La gélatine GMSP3 a été testée comme substitut du carraghénane dans une crème dessert au chocolat à différents taux d'incorporation (3,5, 4,5 et 5 ‰). La qualité microbiologique de la gélatine et du produit fini a été évaluée. Les conditions optimales ayant permis d'obtenir une gélatine avec le meilleur rendement d'extraction (10,97 %), meilleure viscosité (3,36 mPa.s) et meilleur pouvoir moussant et émulsifiant (45,07 % et 24,22 m²/g, respectivement) étaient une température d'extraction à 75 °C durant 6 h après un prétraitement du mélange de sous-produits avec de l'acide acétique à 3 %. La GMSP3 a enregistré la meilleure force de gel (204,91±0,00 Bloom), dureté, adhésivité et mâche. GMSP3 était thermiquement plus stable avec une structure plus lisse, moins poreuse que la gélatine GMSP5. Le prix de revient de la gélatine à base du mélange de sous-produits de volaille offre un avantage économique de 70 % par rapport à celle produite à partir de déchets d'ovins et de bovins. L'utilisation de GMSP3 à un taux de 4,5 ‰ a résulté en une crème dessert sensoriellement comparable à celle du commerce à base de carraghénane. Les résultats microbiologiques de la gélatine et du produit fini se sont révélés satisfaisants. La gélatine produite à partir du mélange de sous-produits de poulet dans les conditions optimales présente de bonnes propriétés rhéologiques et techno-fonctionnelles lui permettant d'être incorporée dans la crème dessert et probablement dans d'autres aliments.

Mots-clés : Gélatine, Mélange de sous-produits de poulet, Plan Taguchi, MRS, Propriétés techno-fonctionnelles, Crème dessert.

Abstract

This research aimed to optimize the extraction of gelatin from the chicken by-product blend (heads and feet) and characterize its rheological, textural, and structural properties for potential application as a gelling agent in a Custard. The concentration of acetic acid (2, 3.5, and 5%), extraction temperature (55, 65, and 75°C), and extraction duration (2, 4, and 6 h) were optimized using the Taguchi L27 experimental design and Response Surface Methodology, considering extraction yield, viscosity, emulsifying activity index, and foaming capacity as responses. Gelatins extracted from the treated chicken by-product blended with 3% (CBBG3) or 5% (CBBG5) acetic acid were tested for their proximate composition, gel strength, texture profile, and amino acid composition (HPLC). Various analytical methods (FTIR, SEM, SDS-PAGE) were employed to study the molecular structure and thermal properties of both gelatins (DSC). Besides, a techno-economic study was conducted. Finally, CBBG3 was tested as a carrageenan substitute in a chocolate custard at different incorporation rates (3.5, 4.5, and 5‰). The microbiological quality of the gelatin and the final product was evaluated. The optimal conditions that resulted in gelatin with the highest extraction yield (10.97%), best viscosity (3.36 mPa·s), and superior foaming and emulsifying properties (45.07% and 24.22 m²/g, respectively) were an extraction temperature of 75°C for 6 hours after pre-treating the by-product blended with acetic acid at 3%. CBBG3 exhibited the highest gel strength (204.91±0.00 Bloom), hardness, adhesiveness, and chewiness. CBBG3 was thermally more stable with a smoother, less porous structure compared to CBBG5. The production cost of chicken by-product-based gelatin offers an economic advantage of 70 % compared to produced gelatin from sheep and cattle waste. The use of CBBG3 at a rate of 4.5‰ in custard preparation resulted in a sensory appreciation comparable to that of commercial carrageenan-based one. The microbiological results for the gelatin and the final product were satisfactory. Gelatin produced from the chicken by-product blend under optimal conditions exhibits good rheological and techno-functional properties, making it suitable for incorporation into dessert creams and potentially other food applications.

Keywords: Gelatin, Chicken by-product blend, Taguchi design, RSM, Techno-functional properties, Custard.

Travaux scientifique

Les résultats obtenus au cours de cette thèse ont été valorisés à travers les publications et les communications nationales et internationales suivantes :

1. Publications internationales

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud, Mohamad Khairi Zainol, Humam Shaaban Barhoum. Physicochemical, rheological, and textural properties of gelatin extracted from chicken by-products (feet-heads) blend and application, International Journal of Gastronomy and Food Science 32 (2023) 100708 : <https://www.elsevier.com/locate/ijgfs>

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Mohamad Khairi Zainol. Optimization of gelatin extraction from chicken feet-heads blend using the Taguchi design and response surface methodology, International Food Research Journal (2023) 1201-1211. <https://www.researchgate.net/publication/375116077>

2. Communications internationales

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Valorisation, caractérisation de gélatine des sous-produits avicole. The 1st International Webinar on « Valuation and Management of Animal Biodiversity » (1st IW-VMAB) that was held on June 1st – 2nd, 2022 in ORAN, ALGERIA.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Effet de la température sur le rendement d'extraction de la gélatine à partir de pattes de poulet. International Congress of Energies and Engineering of Industrial Processes CEGPI'22 Algiers, Algeria 23 - 25 May 2022.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Optimization of gelatin extraction from chicken feet using Box–Behnken design. the 5th International Eurasian Conference on Biological and Chemical Sciences (EurasianBioChem 2022). November 23-25, 2022. Ankara/ Turki.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF THE GELATIN FROM POULTRY BY-PRODUCTS International Seminar on Valorization of Agronomic, Ecological and Food Resources (ISVAEFR 2022)18, 19 & 20 October 2022 University August 20, 1955 Skikda.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud.

Protection de l'environnement par valorisation des sous -produits avicole. The 1st international Webinar of Animal Biodiversity, protection and Environment <WIBAPE2022.>26to 27May 2022on National higher School of Agronomy Algeriers, Algeria.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Valorisation des sous-produits avicole. First International Conference on Water and Environment ICWE'2022. 25th - 26th SEPTEMBER 2022. National higher School of Agronomy Algeriers, Algeria. Mascara, Algeria.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Optimisation d'extraction de gélatine de pattes de poulet. Séminaire international sur la chimie organique et pharmaceutique (ICPOC'22). 11-12 Octobre 2022. University August 20, 1955 Skikda.

3. Communications nationales

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Effet de la concentration de l'acide acétique sur le rendement de gélatine à partir de patte de poulet. 3^e édition des journées scientifiques nationales sur L'agro-alimentaire tenues le 10 et 11 décembre 2021 à l'université Saad DAHLAB de Blida 1.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza. EXTRACTION DE LA GELATINE. 1^{re} journée Nationale sur L'AGROALIMENTAIRE et MICROBIOLOGIE DE L'ENVIRONNEMENT tenue le 11 mai 2022 à l'Université Djilali Bounaâma de Khemis Miliana

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Valorisation des sous-produits avicole. Séminaire National « Valorisation des Produits Alimentaires d'Origine Animale » ISTA, 24-25 mai 2022, Université de Tlemcen.

AIDAT Omaima, BELKACEMI Louiza, BELALIA Mahmoud. Les propriétés physicochimiques, rhéologiques et texturales de la gélatine extraite à partir d'un mélange de sous-produits de poulet (pattes-têtes). Séminaire National sur la Nutrition et la Valorisation des Bioressources (SNNVB-2023), 16 et 17 Octobre 2023, Université de Batna 1.

Un stage au laboratoire du programme de technologie alimentaire de la Faculté des sciences halieutiques et alimentaires de l'Université Malaisie Terengganu du 08 décembre 2022 au 28 décembre 2022.

Liste des abréviations

ANOVA : Analyse de la variance

AOAC : L'Association des chimistes analytiques officiels

BSA : Albumine sérique bovine

DA : Dinar algérien

DSC : Calorimétrie à balayage différentiel

FD : Fonction de désirabilité

GME : Fabricants de gélatine en Europe

GMSP3 : Gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique

GMSP5 : Gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 5 % d'acide acétique

HPLC : Chromatographie liquide haute performance

IRTF : Spectroscopie infrarouge

JORA : Journal officiel de la République algérienne

MRS : Méthode des surfaces de réponse

PE : Pouvoir émulsifiant

PBB : Plans Box-Behnken

PCC : Plan composite centré

PEX : Plan d'expérience

PM : Propriété moussante

TPA : Analyse des paramètres de texture

UFC : Unités formant colonie

Liste des figures

Figure 1. Entrées et sorties d'une expérience (Penas, 2011).	34
Figure 2. Domaine de variation du facteur constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas (-1) et le niveau haut (+1) du facteur x (Goupy, 2006).....	36
Figure 3. Plans factoriels complets à 22 et à 23 (Areny, 2011).	37
Figure 4. Plan composite central à 2N points factoriels, 2N points axiaux et 1 point central (Polowczyk, 2017).....	40
Figure 5. Plan Box-Behnken pour trois facteurs (Ferreira et al., 2007).....	40
Figure 6. Diagramme de Pareto des effets (Yembi et Moukengue Imano, 2016).....	43
Figure 7. Le graphique de probabilité normale (Dar et Anuradha, 2017).	44
Figure 8. Histogramme des résidus (Fang, 2019).	44
Figure 9. Les résidus du modèle RSM par rapport aux valeurs ajustées (Alman-Abad et al., 2020).	45
Figure 10. Les résidus du modèle MRS par rapport aux valeurs ajustées (Alman-Abad et al., 2020).	45
Figure 11. Diagramme d'optimisation pour déterminer les conditions de réaction optimales (Jaiswal et al., 2011).	46
Figure 12. Surface de réponse (Guerrah, 2018).	46
Figure 13. Un tracé de contour (Guerrah, 2018).....	47
Figure 14. Contribution en pourcentage (CP) des paramètres sélectionnés sur les réponses étudiées.....	65
Figure 15. Courbe de réponse 2D de : a) Rendement, b) Viscosité, c) Pouvoir émulsifiante et d) Pouvoir moussant.....	66
Figure 16. Comparaison des valeurs réelles et prédites de : a) Rendement, b) Viscosité, c) Pouvoir émulsifiant et d) Pouvoir moussant.	69
Figure 17. Extraction de la gélatine de mélange des sous-produits de poulet (têtes-pattes) (Photo originale).	878
Figure 18. Solubilité relative (%) des gélatines à différentes valeurs de pH.....	922
Figure 19. Profil textural des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).	96
Figure 20. Thermogramme DSC des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).	98

Figure 21. Spectres IRTF représentatifs des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).....	100
Figure 22. Profils électrophorétiques des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).....	101
Figure 23. Microscopie électronique à balayage du gel des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).....	102
Figure 24. Microscopie électronique à balayage du gel des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).....	104
Figure 25. Analyse sensorielle de crème dessert (Photo originale).....	109

Liste des tableaux

Tableau 1. Conditionnement des matières premières (Abedinia et al., 2020).....	Error!
Bookmark not defined.	
Tableau 2. La multifonctionnalité de la gélatine dans la production de produits alimentaires (Ward, 1977).....	Error! Bookmark not defined.8
Tableau 3. Paramètres indépendants et leurs niveaux correspondants.	55
Tableau 4. Plan d'expérience Taguchi et valeurs moyennes des différentes réponses.....	62
Tableau 5. Coefficient de régression (a), coefficient de détermination (R ²) et valeurs du test F du modèle de régression.	64
Tableau 6. Comparaison de la solution optimale suggérée par FD avec le test de confirmation.	70
Tableau 7. Résultats d'analyses physico-chimiques de la gélatine.	72
Tableau 8. Coût des produits utiliser.	84
Tableau 9. Coût énergétique et des utilitaires nécessaire pour la production de 1 kg de gélatine pure en DA.	85
Tableau 10. Composition proximale des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).....	90
Tableau 11. Attributs de couleur des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).	91
Tableau 12. Solubilité (mg) des gélatines à différents pH.	91
Tableau 13. Composition en acides aminés des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).	93
Tableau 14. Force de gel et profil de texture des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).	97
Tableau 15. Qualité microbiologique de la gélatine GMSP3.....	105
Tableau 16. Coût de production de 1 kg de gélatine pure.....	106
Tableau 17. Valeurs du pH des différents échantillons de crème dessert au chocolat.	106
Tableau 18. Viscosité des différents échantillons de crème dessert au chocolat.	107
Tableau 19. Qualité microbiologique des crèmes desserts au chocolat.	107
Tableau 20. Évaluation sensorielle des crèmes desserts au chocolat préparées avec de la gélatine GMSP3 à différentes proportions d'incorporation (moyenne ± ET).....	109109

Table des matières

ملخص

Résumé

Abstract

Travaux scientifique

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction..... 1

Partie

Bibliographique

Chapitre I

Les sous-produits des unités d'abattage de la filière avicole et leur valorisation

1. Les procédés d'abattage de poulet..... Error! Bookmark not defined.

2. Quantités et caractéristiques des déchets de volailles Error! Bookmark not defined.

3. Les voies d'élimination et de valorisation des déchets produits dans les abattoirs de volailles 7

3.1. Incinération..... 8

3.2. Enfouissement..... 8

3.3. Mise en décharge contrôlée 8

3.4. Valorisation Top of Form..... 8

3.4.1. Le sang..... 8

3.4.2. Plumes..... 9

3.4.3. Viscères 9

3.4.4. Os 10

3.4.5. Peaux..... Error! Bookmark not defined.

3.4.6. Têtes et pattes Error! Bookmark not defined.

Chapitre II

Gélatine : extraction, caractérisation et applications

1. Gélatine Error! Bookmark not defined.

2. Extraction de la gélatine à partir du collagène..... 13

2.1. Description générale du procédé d'extraction de la gélatine	Error! Bookmark not defined.
2.2. Prétraitement	Error! Bookmark not defined.
2.2.1. Traitement alcalin/acide	Error! Bookmark not defined.
2.2.2. Extraction de la gélatine	Error! Bookmark not defined.
2.2.3. Conditionnement	Error! Bookmark not defined.
2.2.4. Procédé de séchage de la gélatine granulée	Error! Bookmark not defined.
3. Les différents types de gélatine produite	17
3.1. Gélatine en poudre	17
3.2. Gélatine en feuilles	17
3.3. Gélatine instantanée	17
3.4. Hydrolysate de gélatine	18
4. Structure chimique	18
5. Les propriétés rhéologiques de la gélatine	19
5.1. Force du gel	Error! Bookmark not defined.
5.1.1. Gélification	Error! Bookmark not defined.
5.1.2. La cinétique de la formation du gel	Error! Bookmark not defined.
5.1.3. Point de gélification, point de fusion et temps de gélification	Error! Bookmark not defined.
5.2. La viscosité	Error! Bookmark not defined.
5.3. Les propriétés texturales de la gélatine (Analyse du profil de texture TPA)	Error! Bookmark not defined.
6. Propriétés Techno-fonctionnelles	Error! Bookmark not defined.
6.1. Pouvoir moussant	Error! Bookmark not defined.
6.2. Fonction de colloïde protecteur	Error! Bookmark not defined.
6.3. Solubilité	Error! Bookmark not defined.
6.4. Pouvoir épaississant	Error! Bookmark not defined.
6.5. Pouvoir filmogène	Error! Bookmark not defined.
6.6. Pouvoir émulsifiant	Error! Bookmark not defined.
6.7. Pouvoir stabilisant	Error! Bookmark not defined.
6.8. Le Pouvoir gélifiant	Error! Bookmark not defined.
7. Caractéristiques physico-chimiques de la gélatine	Error! Bookmark not defined.

7.1.	pH
.....	Er
ror! Bookmark not defined.	
7.2. Point isoélectrique.....	Error! Bookmark not defined.
7.3. Cendres	Error! Bookmark not defined.
7.4. Humidité	Error! Bookmark not defined.
7.5. Protéines.....	Error! Bookmark not defined.
7.6. Couleur.....	Error! Bookmark not defined.
7.7. Turbidité	Error! Bookmark not defined.
8. Domaines d'application.....	26
8.1. Domaine alimentaire.....	26
8.1.1. Confiserie.....	26
8.1.2. Desserts à la gélatine	26
8.1.3. La gélatine dans les viandes	27
8.1.4. Clarification des boissons et des jus.....	27
8.1.5. Utilisations diététiques spéciales	27
8.2. Domaine pharmaceutique	28
8.2.1. Capsules de gélatine	28
8.2.2. Comprimés	28
8.2.3. Suppositoires	29
8.2.4. Émulsions de gélatine.....	Error! Bookmark not defined.
8.2.5. Microencapsulation.....	Error! Bookmark not defined.
8.2.6. Éponge de gélatine absorbable.....	Error! Bookmark not defined.
8.2.7. Substituts de plasma.....	Error! Bookmark not defined.
8.2.8. Utilisations médicales	Error! Bookmark not defined.
8.3. Cosmétiques	Error! Bookmark not defined.
8.4. Autres applications	Error! Bookmark not defined.
Chapitre III	
Plans d'expériences et méthodologie pour surfaces de réponses	
1. Définition des plans d'expérience	34
2. Objectifs d'utilisation des plans d'expériences.....	34

3. Étapes de réalisation des plans d'expériences	35
4. Termes et concepts communs des plans d'expériences	35
5. Types de plans d'expériences	36
5.1. Plans d'expérience de criblage (screening)	36
5.1.1. Plan factoriel complet.....	37
5.1.2. Plan factoriel fractionné.....	37
5.1.3. Autres plans.....	37
5.2. Les plans de modélisation et méthodologie des surfaces de réponse.....	38
5.2.1. Plan composite centré.....	39
5.2.2. Conception Box-Behnken.....	40
6. Signification des effets et validation du modèle.....	41
6.1. Modélisation mathématique	41
6.2. Analyse d'un plan de surface	41
6.2.1. Analyse de variance.....	41
6.2.2. Analyse graphique des résultats	43
6.2.3. Validation expérimentale du modèle	47
Partie Expérimentale	
Partie I	
Optimisation de l'extraction de la gélatine	
1. Matière première.....	54
2. Composition proximale de la matière première	54
3. Optimisation de l'extraction de la gélatine (mélange têtes –pattes de poulet) – plan Taguchi et méthodologie de la surface de réponse	54
3.1 Modélisation et optimisation de l'extraction de la gélatine.....	54
3.2. Extraction de la gélatine	55
3.3. Propriétés techno-fonctionnelles	56
3.3.1. Viscosité.....	56
3.3.2. Pouvoir émulsifiant (PE).....	56
3.3.3. Pouvoir moussant	57
3.4. Propriétés physico-chimiques de la gélatine	57
3.4.1. Détermination du pH	57

3.4.2. Détermination de la teneur en eau.....	57
3.4.3. Détermination de la teneur en cendres.....	58
3.4.4. Détermination des lipides.....	58
3.4.5. Détermination des protéines.....	58
4. Analyse statistique.....	59
5. Résultats et discussions.....	61
5.1. Composition chimique de la matière première.....	61
5.2. Ajustement du modèle.....	61
5.3. Effet des variables d'extraction sur les réponses.....	65
5.4. Validation des modèles de régression basés sur le MSR.....	68
5.5. Optimisation des modèles basés sur le MRS avec la fonction de désirabilité (FD).....	70
5.6. Effets des conditions d'extraction sur les propriétés physico-chimiques de la gélatine.....	71
5.6.1. pH.....	72
5.6.2. Humidité.....	73
5.6.3. Teneurs en cendres.....	73
5.6.4. Teneur en matière grasse.....	74
5.6.5. Teneurs en protéines.....	74
Conclusion.....	75

Partie II

Caractérisation de la gélatine et application

1. Matériels et méthodes.....	78
1.1. Extraction de la gélatine.....	78
1.2. Caractérisation de la gélatine.....	89
1.2.1. Analyse de la composition proximale.....	89
1.2.2. Couleur.....	89
1.2.3. Solubilité.....	89
1.2.4. Quantification des acides aminés.....	90
1.2.5. Force de bloom.....	91
1.2.6. Analyse du profil de la texture (TPA).....	82

1.2.7. Mesures par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) (Differential Scanning Calorimetry).....	82
1.2.8. Détection des groupes fonctionnels par spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	82
1.2.9. SDS-PAGE.....	82
1.2.10. Détermination de la microstructure par microscopie électronique à balayage (MEB)	82
1.2.11. Analyses microbiologiques de la gélatine	82
1.2.12. Etude Technico- économique de la production de la gélatine.....	84
1.3. Application.....	86
1.3.1. Incorporation de gélatine dans une crème dessert au chocolat	86
1.3.2. Analyses physicochimiques des crèmes desserts	86
1.3.3. Analyse microbiologique des crèmes desserts	87
1.3.4. Évaluation sensorielle.....	88
1.4. Analyse statistique	88
2. Résultats et discussions	89
2.1. Rendement d'extraction de la gélatine et propriétés physico-chimiques.....	89
2.1.1. Rendement.....	89
2.1.2. Composition proximale de la gélatine.....	89
2.1.3. pH	90
2.1.4. Couleur	90
2.1.4. Solubilité.....	91
2.1.5. Composition en acides aminés.....	91
2.2. Force du gel.....	96
2.3. Profil de texture	94
2.4. Propriété thermique	97
2.5. Profil spectral.....	98
2.6. Profil protéique.....	100
2.7. Microstructure.....	101
2.8. Microstructure de gel	103

2.9. Qualité microbiologique de la gélatine GMSP3.....	105
2.10. Etude Techno-économique	105
2.11. Qualité physico-chimique	106
2.12. Qualité microbiologique des crèmes desserts au chocolat.....	107
2.13. Évaluation sensorielle des crèmes desserts au chocolat.....	108
Conclusion.....	110
Conclusion générale et perspectives	112
Références Bibliographiques.....	113
Annexes	

Introduction

L'aviculture est le secteur de l'élevage qui devrait connaître la plus forte croissance d'ici 2050 (**Bravo et al., 2023**). Cela se traduit par une augmentation des déchets provenant des abattoirs de volailles, tels que le sang, les plumes, les pattes et les têtes (**Mozhiarasi et Natarajan, 2022**). Pour faire face à ce problème croissant, l'industrie doit améliorer sa gestion des déchets. La transformation des sous-produits de l'industrie avicole peut contribuer à la réduction des déchets et à la protection de l'environnement (**Yimer, 2018**). Les sous-produits peuvent être transformés en produits à valeur ajoutée tels que les aliments pour animaux, les bioplastiques, les biocarburants et les engrais organiques (**Mozhiarasi et Natarajan, 2022**). Certains de ces sous-produits sont relativement riches en protéines, notamment en collagène (**Alipala et al., 2021**). Ce dernier peut être utilisé directement comme ingrédient dans certains produits cosmétiques, pharmaceutiques et alimentaires ou alors transformé en gélatine (**Abedinia et al., 2020**).

La gélatine est reconnue comme un biopolymère important utilisé dans diverses industries (**Schrieber et Gareis, 2007**) et ce en raison de ses caractéristiques rhéologiques et physiques qui lui permettent d'être utilisée dans divers domaines tels qu'enpharmaceutique, cosmétique, photographie et surtout en industrie alimentaire (**Alipal et al., 2019**) notamment pour ses propriétés gélifiantes, émulsifiantes et liantes (**Schrieber et Gareis, 2007**). En effet, la gélatine est un additif alimentaire important inclus dans de nombreux produits alimentaires (**Mohos, 2010**) selon ses propriétés de coagulation (**Ramos et al., 2016**), de résistance au bloom et de thermoréversibilité (**Mariod et Fadul, 2013**). Dans les confiseries, elle est utilisée pour apporter de la mâche, de la texture et une stabilisation de la mousse ; tandis que dans les desserts à base de gélatine, celle-ci est incorporée pour apporter de l'onctuosité, réduire le taux de graisse utilisé et améliorer la sensation en bouche (**Johnston-Banks, 1990 ; Schrieber et Gareis, 2007**). L'incorporation de la gélatine dans un produit alimentaire ou autre dépend de sa qualité, autrement dit de ses propriétés physico-chimiques, rhéologiques et techno-fonctionnelles. Cette qualité peut être déterminée par différentes méthodes telles que l'utilisation de l'analyseur du profil textural (TPA), la mesure de la stabilité thermique par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC), la spectroscopie infrarouge (IRTF), la chromatographie et l'étude de la dynamique des réseaux polymères et de la structure microscopique.

Les propriétés physico-chimiques, rhéologiques et techno-fonctionnelles diffèrent d'une gélatine à une autre selon la méthode d'extraction et surtout la matière première (sous-produit)

dont est extrait le collagène. En général, la gélatine est dérivée de sous-produits de mammifères tels que la peau de porc et les os de bovins, qui représentent environ 70 % des sources commerciales de gélatine. Toutefois, la gélatine de mammifères peut causer des problèmes religieux, sanitaires et socioculturels (**Abedinia et al., 2020**). Par conséquent, il y a un intérêt croissant pour la gélatine produite à partir des sous-produits de volaille qui offre de nombreux avantages tels que la disponibilité d'une matière première abondante, l'absence de toxicité et la compatibilité avec d'autres composants.

Plusieurs études ont démontré le potentiel de ces sous-produits pour être valorisés en tant que source significative de collagène et de gélatine, en raison de leur faible teneur en os et de leur richesse en cartilage (**Chakka et al., 2017 ; Ee et al., 2019**). Ces études se sont penchées sur l'extraction de gélatine principalement à partir des pattes (**Almeida et Lannes, 2013 ; Chakka et al., 2017 ; Choe et Kim, 2018**) ou des têtes (**Du et al., 2013 ; Ee et al., 2019**) de poulet, des sous-produits importants des abattoirs de volaille. Ces recherches ont été menées en utilisant des procédures d'extraction de gélatine similaires, révélant toutefois des variations dans le rendement ainsi que dans les caractéristiques physico-chimiques, rhéologiques et même texturales de la gélatine. L'utilisation simultanée des pattes et des têtes de poulet comme matière première pour l'extraction de la gélatine, en suivant un même protocole, permettrait non seulement d'éviter le processus de tri pour l'industrie, mais pourrait également permettre l'obtention d'une gélatine aux propriétés avantageuses.

À notre connaissance, il s'agit de la première étude axée sur l'extraction de la gélatine à partir d'un mélange de sous-produits de poulet, c'est-à-dire un mélange de pattes et de têtes. Ainsi, cette étude vise en premier lieu à optimiser l'extraction de la gélatine à partir du mélange de sous-produits de poulet (têtes et pattes) en utilisant la méthodologie du plan Taguchi et de la surface de réponse, et en deuxième lieu à caractériser la gélatine obtenue sur le plan physico-chimique, rhéologique et structural. La qualité microbiologique et le coût de la gélatine seront également évalués. Enfin, la qualité physico-chimique et surtout rhéologique détermineront son utilisation potentielle en tant qu'agent gélifiant dans la formulation d'une crème dessert au chocolat en substitution au carraghénane dans un but organoleptique et économique.

Ce manuscrit a été divisé en trois parties principales. La première partie a été consacrée à la synthèse bibliographique et comprend trois chapitres. Le premier chapitre décrit les sous-produits des unités d'abattage de la filière avicole et leur valorisation, le deuxième chapitre propose un aperçu sur l'extraction, la caractérisation et les applications de la gélatine. Le

troisième chapitre qui traite des plans d'expériences et de la méthodologie pour les surfaces de réponse. La deuxième partie consacrée à la partie expérimentale a été scindée en deux parties, une première section concerne la méthodologie expérimentale utilisée pour l'extraction de la gélatine, en particulier l'optimisation de l'extraction de la gélatine à partir d'un mélange de têtes et de pattes de poulet. Cette partie utilise le plan Taguchi et la méthodologie des surfaces de réponse. La deuxième section est axée sur la caractérisation de la gélatine optimale obtenue et son application dans le domaine alimentaire. Elle explore également les perspectives de recherche et de développement à entreprendre dans un avenir proche.

Partie
Bibliographique

Chapitre I

**Les sous-produits des unités d'abattage de
la filière avicole et leur valorisation**

Introduction

Les unités d'abattage des volailles génèrent une multitude de co- et sous-produits qui comprennent les carcasses, les peaux, les têtes, les plumes, les viscères, les os, les graisses, le sang et les autres fluides, ainsi que les animaux et les viandes non conformes. La valorisation de ces déchets est importante car elle permet d'utiliser efficacement les ressources et de minimiser les déchets.

1. Les procédés d'abattage de poulet

Dans les grandes industries de transformation de la volaille, le processus d'abattage est souvent mécanisé, tandis que dans les abattoirs de faible débit, la majorité des fonctions sont effectuées à la main (**Franke et Insam, 2013**). Les procédés d'abattage de poulet sont composés de plusieurs étapes clés (**Mozhiarasi et Natarajan, 2022**) :

- La saignée de l'animal,
- L'échaudage qui consiste à éliminer les plumes et les poils du poulet,
- L'éviscération consistant à retirer les organes internes et les parties inutiles,
- Le lavage, la réfrigération et le refroidissement de la viande pour garantir la salubrité et prolonger la durée de conservation,
- Le conditionnement pour préparer le produit final à la vente et assurer la propreté de l'ensemble du processus de transformation.

La classification des sous-produits est importante pour déterminer leur devenir et pour prendre les précautions nécessaires lors de leur manipulation (**Juste, 2010 ; MAAF, 2017**).

2. Quantités et caractéristiques des déchets de volailles

Les industries de transformation de la viande de poulet produisent des quantités importantes de déchets organiques solides représentant entre 16 et 32 % du poids des oiseaux vivants (**Waldron, 2007**). Bien que les caractéristiques des poulets de chair ne diffèrent pas fondamentalement de celles d'autres espèces de volailles telles que les dindes, les oies et les canards, le nombre de sous-produits et de déchets dépend de l'espèce. De plus, la quantité de déchets générés dans l'industrie avicole peut varier en fonction de l'état des oiseaux pendant le transport, la capture opérationnelle et les conditions pathologiques, comme l'ont souligné **Salminen et Rintala (2002)** et **Faria et al. (2010)**.

Avant d'être abattus, les poulets de chair sont élevés pendant 2 à 6 semaines pour atteindre un poids de 1,8 à 3 kg (**Molapo, 2009**). La carcasse représente environ 60 à 70 % du poids vif de la volaille après abattage pour la consommation humaine (sans les plumes, le cou, la tête, les abats, les pattes et la plupart des organes internes) (**Berri et al., 2001 ; Salminen et Rintala, 2002**). L'éviscération ultérieure produit environ 16 à 22 % du poids vif des oiseaux, les viscères (jusqu'à 10 %), la tête et les pattes jusqu'à 7 % et 5%, respectivement (**Salminen et Rintala, 2002 ; Faria et al., 2010**), et enfin, le sang frais représente environ 2 % du poids des poulets de chair vivants (**Salminen et Rintala, 2002**).

Enfin, ces sous-produits appartiennent aux déchets de la catégorie 3 comprenant les sous-produits ne présentant aucun risque sanitaire. Ces sous-produits sont en général valorisés et destinés à la consommation humaine ou animale.

3. Les voies d'élimination et de valorisation des déchets produits dans les abattoirs de volailles

La gestion des sous-produits issus des abattoirs de volailles est un enjeu majeur en matière de santé publique et d'environnement (**Yimer, 2018**). Pour assurer une gestion appropriée de ces déchets, diverses voies d'élimination ont été mises en place. Toutefois, il est de plus en plus important de trouver des alternatives pour valoriser ces déchets et les transformer en produits à valeur ajoutée, dans une perspective de développement durable et de circularité de la chaîne d'approvisionnement alimentaire. Il existe plusieurs objectifs couramment associés à la valorisation des sous-produits d'abattage avicole (**Pinto et al., 2022; Malenica et al., 2023; Bravo et al., 2023**) :

- Réduire les impacts environnementaux liés à l'élimination des déchets, tels que la pollution de l'eau et de l'air.
- Créer de la valeur ajoutée : la valorisation des sous-produits peut permettre de créer de la valeur ajoutée en transformant ces matières en produits utiles, tels que des aliments pour animaux, des engrais ou des produits chimiques.
- Améliorer la sécurité alimentaire : la valorisation des sous-produits peut contribuer à l'amélioration de la sécurité alimentaire en évitant leur exposition à des agents pathogènes et en fournissant des aliments de qualité pour animaux.
- Réduire les coûts d'élimination : en valorisant les sous-produits, on peut réduire les coûts d'élimination de ces déchets, ce qui peut contribuer à améliorer la rentabilité des exploitations avicoles.

- Promouvoir la durabilité : en valorisant les sous-produits, on peut contribuer à promouvoir la durabilité de l'industrie avicole en réduisant les déchets et en optimisant l'utilisation des ressources.

Il existe différents processus d'élimination ou de valorisation des déchets générés par les abattoirs avicoles.

3.1. Incinération

L'incinération fait référence à la destruction thermique des sous-produits à haute température, et est considérée comme l'un des moyens les plus sûrs pour détruire les agents infectieux. Dans cette méthode d'élimination, les déchets peuvent être brûlés aussi rapidement qu'ils s'accumulent, ne créent qu'une petite quantité de déchets, et les cendres résultantes n'attirent pas les nuisibles et sont facilement éliminées. Les principaux problèmes liés à cette technique d'élimination sont les émissions de particules, les émissions de gaz à effet de serre, les odeurs désagréables, la lenteur du débit et les plaintes de la population environnante (**Mozhiarasi et Natarajan, 2022**).

3.2. Enfouissement

L'enfouissement des sous-produits de déchets, qui a généralement lieu sur place, est considéré comme la méthode d'élimination la plus pratique en raison de son faible coût et de sa commodité. Pour cette méthode, une couverture de terre d'environ 1,5 mètre doit être maintenue pour décourager les charognards et contrôler les odeurs et les mouches. Les fosses à fond ouvert sont un exemple de méthode d'enfouissement. Cette méthode a bien marché et elle est facile à mettre en œuvre, mais elle peut poser des problèmes tels que la lente perte des résidus de volaille et l'infiltration de phosphores, d'azote et d'agents pathogènes dans les eaux souterraines. Ainsi, l'enfouissement des oiseaux morts dans les fermes est strictement contrôlé pour éviter la contamination des eaux souterraines (**Rahman et al., 2022**).

3.3. Mise en décharge contrôlée

La mise en décharge contrôlée peut être utilisée pour la gestion de la biomasse résiduelle générée par les industries de transformation de la viande de poulet. Cependant, la mise en décharge contrôlée des sous-produits biodégradables entraîne la production de lixiviats qui polluent les eaux souterraines, émettent des odeurs, causent des problèmes de nuisance par la vermine et entraînent la production de dioxyde de carbone et de méthane pendant de longues périodes après le dépôt (**Kanhar et al., 2020**).

3.4. Valorisation

La valorisation des sous-produits d'abattage est cruciale pour l'industrie de la viande, car elle permet de maximiser l'utilisation des ressources animales et de réduire les déchets. Cela

peut également contribuer à réduire l'impact environnemental de l'industrie avicole en minimisant la quantité de déchets produits. Les sous-produits, incluant le sang, les plumes, les viscères, les os, les peaux, les pattes et les têtes, peuvent être valorisés de différentes manières, notamment pour produire des aliments pour les animaux, des engrais, des produits pharmaceutiques, des produits cosmétiques, des produits de biotechnologie, du cuir, des plumeaux et des articles de rembourrage (**Waldron, 2007 ; Yimer, 2018 ; Mozhiarasi et Natarajan, 2022**).

3.4.1. Le sang

Le sang, qui représente environ 2-5 % du poids de l'animal et contient environ 18-19 % de protéines, est le premier coproduit obtenu lors de la transformation des animaux en viande. Les protéines sanguines représentent la plus grande partie du marché des protéines carnées en volume, et des composants sanguins tels que le plasma, l'hémoglobine, l'immunoglobine et la globine sont utilisés dans un certain nombre d'applications alimentaires, notamment pour lier et émulsionner la viande et améliorer les propriétés de texture des hamburgers et de la viande hachée. Des isolats de protéines peuvent être préparés à partir du sérum et des globules rouges du sang par des techniques de séchage par pulvérisation, de lyophilisation, de précipitation par solvant ou chromatographiques (**Waldron, 2007**).

3.4.2. Plumes

Les plumes de volaille représentent un défi en matière de biodégradation car elles peuvent rester dans le sol pendant plus d'un an, générant des odeurs désagréables et potentiellement polluantes. Les fosses d'enfouissement peuvent également causer des problèmes de pollution des eaux souterraines dans leur voisinage (**Tadesse et al. 2018**).

Les plumes de volaille sont riches en azote, plus que la farine de sang de qualité supérieure, et sont donc idéales pour le compostage (**Laba et al., 2018**). Bien que leur utilisation pour l'alimentation animale ne soit pas courante, une étude a montré que l'utilisation d'un extrait de déchets de plumes pour l'alimentation des cailles peut améliorer la qualité de la viande de cuisson. L'utilisation de ces déchets de plumes comme source de protéines pour l'alimentation animale peut améliorer la durabilité environnementale et rendre l'élevage plus efficace (**Irfan Said et al., 2019**).

La production de biodiesel à partir de déchets de plumes de volaille est techniquement viable et pourrait offrir une alternative durable aux carburants fossiles. Selon **Alahyaribeik et al. (2020)**, les bactéries kératolytiques peuvent être utilisées pour la bioconversion des déchets de plumes de poulet.

3.4.3. Viscères

Les viscères de volaille sont des déchets difficiles à gérer dans les abattoirs et les marchés locaux de poulet. La transformation des viscères frais en farine peut être un moyen d'assainir l'environnement (Hédji et al., 2014). Les viscères sont très riches en éléments nutritifs et leur taux de protéines peut atteindre 70 % (Hédji et al., 2014). Les hydrolysats obtenus à partir des viscères sont un milieu de culture pour *Escherichia coli*, ils sont également un émulsifiant et possèdent des propriétés antioxydantes et inhibitrices (Lasekan et al., 2012). Il est possible de valoriser les viscères qui représentent environ 30 % des déchets de poulet (Waldron, 2007). En effet, ces derniers peuvent être utilisés comme source de protéines fiable pour la production animale et aquacole (Gümüs et Baki, 2013 ; Tabinda et al., 2013 ; Alfaro et al., 2014). Dans l'aquaculture, des études ont été menées pour évaluer la faisabilité d'utiliser les viscères de poulet comme source d'alimentation pour réduire les coûts de production, notamment pour des espèces telles que les tilapias et les poissons-chats (Tabinda et Butt, 2012 ; Alfaro et al., 2014). Dans une étude récente (Pramualkijja et al., 2021), la farine de viscères de poulet a été utilisée en remplacement de la farine de poisson dans l'alimentation des animaux.

La trachée de poulet est une fraction d'abats riche en collagène qui est généralement transformée en déchets solides pendant la transformation de la volaille. Les hydrolysats de collagène et les peptides extraits de la trachée de poulet possèdent des propriétés biologiques uniques et peuvent être utilisés comme ingrédient fonctionnel utile (Pramualkijja et al., 2021).

3.4.4. Os

Actuellement, les os sont essentiellement destinés à la fabrication de collagène/gélatine et de farine destinée à la supplémentation en minéraux pour l'alimentation animale. L'os frais comporte en moyenne 49 % d'eau, 16 % de lipides, en particulier des phospholipides qui jouent un rôle dans la minéralisation et le métabolisme des os, 12 % de protéines et 23 % de sels minéraux (Waldron, 2007). Les os de poulet sont couramment exploités pour leur teneur en calcium et utilisés comme source peu coûteuse de suppléments minéraux. Toutefois, il a été démontré que les hydrolysats de protéines d'os de poulet présentent également une activité enzymatique de conversion de l'angiotensine (ACEi) (Bravo et al., 2023), les rendant ainsi utiles en tant qu'ingrédient fonctionnel (Brandelli et al., 2015).

La farine d'os, les phosphates précipités d'os et la poudre d'osséine sont tous des produits dérivés d'os d'animaux, utilisés dans diverses industries pour leurs propriétés nutritionnelles, chimiques et fonctionnelles.

Enfin, la colle animale est une protéine dérivée de l'hydrolyse chimique du collagène, elle peut être obtenue à partir de l'os en conditions douces par alcalinisation et extraction à 60 °C, après filtration, la phase aqueuse est concentrée sous vide (**Malepeyre et al., 2010**).

3.4.5. Peaux

Avec les tendons, le cartilage et les os, la peau est l'une des principales sources de collagène/gélatine (**Schrieber et Gareis, 2007 ; Sarbon et al., 2013**).

3.4.6. Têtes et pattes

Les têtes et les pattes de poulet sont souvent considérées comme des déchets de l'industrie avicole, mais elles peuvent être valorisées de plusieurs façons.

- Production de bouillon : les têtes et les pattes de poulet peuvent être utilisées pour préparer un bouillon de poulet savoureux et nutritif, qui peut être utilisé comme base pour de nombreux plats. Le bouillon de poulet est riche en collagène, en minéraux et en acides aminés, ce qui en fait un aliment sain et nourrissant (**Jayathilakan et al., 2012**).
- Production de gélatine/ collagène : les têtes et les pattes de poulet peuvent être utilisées pour produire de la gélatine de haute qualité, qui est un ingrédient polyvalent utilisé dans de nombreux domaines (**Abedinia et al., 2020**). La gélatine extraite à partir des têtes ou des pattes de poulet est une source riche en collagène, qui peut être utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication de produits tels que les bonbons, les desserts, les glaces et les produits laitiers (**Schrieber et Gareis, 2007**). Elle est également utilisée dans l'industrie pharmaceutique pour la fabrication de capsules et de gélules.
- Production de farine de viande : les têtes et les pattes de poulet peuvent être transformées en farine de viande, qui peut être utilisée comme ingrédient pour la fabrication d'aliments pour animaux domestiques, tels que les aliments pour chiens et les aliments pour chats. La farine de viande est une source riche en protéines et en nutriments pour les animaux domestiques (**Malenica et al., 2023**).
- Production d'engrais : les têtes et les pattes de poulet peuvent être compostées pour produire un engrais organique riche en nutriments pour les plantes. L'engrais produit à partir des têtes et des pattes de poulet est riche en azote, en phosphore et en potassium, essentiels pour la croissance des plantes (**Barrera et al., 2020**).

Chapitre II
**Gélatine : extraction,
caractérisation et
applications**

1. Gélatine

La gélatine est une protéine de haut poids moléculaire obtenue par dénaturation de la triple hélice de collagène par thermo-hydrolyse. Elle constitue l'un des plus importants biopolymères présentant des propriétés fonctionnelles uniques à la fois en raison de sa capacité à former un gel thermoréversible avec une température de fusion proche à la température corporelle et aussi en raison à sa solubilité dans l'eau (Schrieber et Gareis, 2007). Ce produit polyvalent a de nombreuses applications dans plusieurs domaines industriels, comprenant les aliments, les matériaux, les médicaments, la photographie, et bien d'autres (Alipal et al., 2021).

2. Extraction de la gélatine à partir du collagène

L'objectif principal de l'extraction de la gélatine est de transformer le collagène, système fibreux très organisé insoluble dans l'eau, en gélatine qui est un système de molécules indépendantes et amorphe soluble dans l'eau, tout en obtenant un rendement maximal et des propriétés rhéologiques et texturales supérieures (Schrieber et Gareis, 2007). L'extraction se réalise en deux étapes : la solubilisation du collagène soit en milieu acide ou basique selon la matière première (Tableau 1) entraînant un clivage partiel des réticulations et sa conversion en gélatine (Abedinia et al., 2020).

Tableau 1. Conditionnement des matières premières (Abedinia et al., 2020).

Type de matière première	Le conditionnement des matières premières	
	Traitement acide	Traitement Alcalin
Os	×	×
Peau de bœuf	×	×
Peau de porc	×	×
Peau de poisson	×	
Peau de volaille	×	
Pattes de volaille	×	

Le clivage par action chimique modérée (milieu faiblement acide à 40 °C) du tropocollagène peut donner (Rbii, 2010) :

✓ trois chaînes α désorganisées et indépendantes,

- ✓ deux chaînes α désorganisées conservant entre elles une ou plusieurs liaisons covalentes et formant une molécule double (chaîne β) et une chaîne α devient indépendante,
- ✓ trois chaînes désorganisées qui restent liées par une ou plusieurs liaisons covalentes et constituent une molécule triple hélice γ .

2.1. Description générale du procédé d'extraction de la gélatine

La gélatine est produite à partir de matières premières naturelles provenant d'animaux inspectés par les autorités vétérinaires et approuvés pour la consommation humaine. Toutefois, ces matières premières peuvent contenir des impuretés organiques et/ou inorganiques, tels que des fractions de protéines non collagènes, des lipides, des acides nucléiques et d'autres composants cellulaires (**Eastoe et Leach, 1977**).

La gélatine est obtenue à partir de la peau et des os de porcs et de bovins, mais surtout de la peau de porc. Cependant, il existe d'autres matières premières qui peuvent être utilisées dans la fabrication de la gélatine, notamment les sous-produits des industries de transformation du poulet et du poisson et même à partir des insectes (**Boran et Regenstein, 2010**). La production de gélatine implique plusieurs étapes, allant du prétraitement à la déionisation en passant par l'extraction, la filtration et le conditionnement, chacune jouant un rôle clé dans la purification et la transformation du collagène en gélatine.

2.1. Prétraitement

Il s'agit d'une étape éliminant les impuretés non liées au collagène. Les matières premières sont lavées à l'eau pour éliminer les impuretés évidentes.

2.1.1. Traitement alcalin/acide

Le traitement avec une solution alcaline et/ou acide sert à affaiblir la structure du collagène en brisant les réticulations intramoléculaires, y compris les liaisons covalentes et les liaisons hydrogènes, et pour libérer les autres impuretés. La concentration et la durée des traitements acides ou alcalins visant à rompre ou affaiblir les liaisons entre les chaînes α ou les molécules de tropocollagène doivent soigneusement être ajustées afin d'éviter une dégradation excessive du collagène (**Schrieber et Gareis, 2007**).

La gélatine est classée selon le procédé d'extraction de collagène :

- ❖ **Procédé acide** : si une solution acide est utilisée comme solvant, une gélatine de type A est obtenue. Ce procédé rapide, utilisé surtout par l'industrie alimentaire, est appliqué surtout sur des matériaux peu réticulés.

❖ **Procédé alcalin** : dans le cas d'un solvant alcalin, on obtient la gélatine de type B. Contrairement au précédant, ce procédé est long et est principalement utilisé pour des collagènes plus complexes (plus réticulé) comme ceux provenant des os et des peaux de bovins. Ce procédé permet de fabriquer de la gélatine, surtout utilisée dans la fabrication des capsules (l'industrie pharmaceutique), et des films (l'industrie photographique et alimentaire) (**Hinterwaldner, 1977 ; Rbii, 2010 ; Sebastian, 2014**).

2.1.2. Extraction de la gélatine

Le processus d'extraction de la gélatine est une étape cruciale pour obtenir une gélatine de qualité. Les facteurs tels que le temps d'extraction et la température de cuisson jouent un rôle important dans le rendement et la qualité de la gélatine produite (**Arteaga et al., 1994 ; Park et al., 2013**). En général, la température de cuisson est maintenue entre 50 et 90 °C et le temps d'extraction peut varier de quelques heures à plusieurs jours en fonction de la source animale et de la méthode de production utilisée (**Du et al., 2013; Choe et Kim, 2018**). Des études ont montré que des temps d'extraction plus longs et des températures de cuisson plus élevées peuvent augmenter le rendement en gélatine, mais peuvent également affecter négativement ses propriétés physiques et chimiques. Ainsi, les conditions d'extraction doivent soigneusement être contrôlées pour produire une gélatine de qualité constante (**Talapphet et al., 2017; Erge et Zorba, 2018**).

Le jus de gélatine va subir plusieurs étapes pour être conditionné. En effet, le jus va être filtré, déminéralisé, concentré, refiltré, puis le pH sera ajusté à la demande du client (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.1.3. Conditionnement

C'est un traitement de raffinage de la gélatine extraite. Après le processus d'extraction, la solution de gélatine obtenue doit être soumise à une purification intensive. Les procédés utilisés sont très variés et les producteurs ont tendance à avoir leur propre combinaison de méthodes et d'appareils basée sur l'expérience (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.1.3.1. Filtration et clarification

Des séparateurs à haut rendement, parfois continus, sont utilisés pour la solution de gélatine en trois phases, ce qui permet de séparer les solides non dissous et les graisses de la solution aqueuse de gélatine. Cette graisse de qualité technique est purifiée et utilisée principalement

par l'industrie chimique pour des applications ultérieures ou une saponification (**Sebastian, 2014**).

À la sortie des séparateurs ou d'autres étapes de pré-clarification, la solution de gélatine n'a toujours pas la clarté requise. Elle est donc soumise la plupart du temps à un processus de purification qui commence par une filtration où les substances responsables de la turbidité sont filtrées (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.2.3.2. Déionisation

Les sels dissous exercent une influence sur la plupart des propriétés physiques de la gélatine. Parfois, seuls certains sels sont indésirables. Afin d'éviter ces effets indésirables, la solution de gélatine diluée passe par des échangeurs d'ions, l'ultrafiltration ou la nano-filtration (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.1.3.3. Concentration

La solution de gélatine purifiée et déminéralisée est composée de plus de 95 % d'eau. Cette eau doit maintenant être presque entièrement éliminée. Seule la gélatine séchée avec sa teneur en eau résiduelle normale de 10-12 % a une durée de vie illimitée du point de vue microbiologique. En règle générale, la concentration s'effectue dans un système sous vide à plusieurs étages, en utilisant des évaporateurs à plaques, à circulation ou à couche mince (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.1.3.4. Stérilisation finale

Les solutions de gélatine hautement concentrées et filtrées sont stérilisées. Pour cette étape importante, on utilise aussi bien la stérilisation indirecte par échangeur thermique à plaques que la stérilisation directe à la vapeur. Les deux méthodes présentent un haut degré de sécurité microbiologique (**Schrieber et Gareis, 2007**).

2.1.4. Procédé de séchage de la gélatine granulée

Après la stérilisation finale, la solution de gélatine est refroidie à l'aide d'un échangeur de chaleur à surface raclée. Lors ce processus, la solution hautement concentrée gélifie et est extrudée sous forme de « nouilles » acheminées sur le tapis roulant d'un séchoir. Durant ce processus de séchage, l'eau résiduelle est délicatement éliminée à l'aide d'air filtré, déshumidifié et microbiologiquement propre. La gélatine quitte le séchoir sous la forme d'un « tapis tissé » de nouilles avec une teneur en eau d'environ 10 % (**Schrieber et Gareis, 2007**).

3. Les différents types de gélatine produite

Il existe plusieurs types de gélatine produits en fonction des sources animales et des méthodes de production utilisées (Schrieber et Gareis, 2007).

3.1. Gélatine en poudre

La gélatine en poudre est prête à être expédiée après avoir été séchée, normalisée, broyée et emballée dans des sacs (Schrieber et Gareis, 2007).

3.2. Gélatine en feuilles

La gélatine en feuilles, qui est le type préféré pour les ménages, les boulangeries et les établissements de restauration, est produite selon un procédé spécial qui donne aux feuilles de gélatine leur forme et leur dessin caractéristiques. Pour produire la gélatine en feuilles, le fabricant dissout une gélatine granulée, testée et normalisée. Pour éviter l'apparition de bulles d'air, un vide spécifique est appliqué. Ensuite, la solution concentrée est versée sous forme de film sur un tambour en acier inoxydable poli et refroidi. Le film de gélatine est coupé dans le sens de la longueur selon les spécifications et placé sur un filet de transport en nylon continu. Dans le cas de la gélatine en feuilles, l'épaisseur de la feuille, et donc le poids des feuilles individuelles, sont fixés en fonction du type de gélatine. Ainsi, toute feuille de gélatine dissoute dans une quantité donnée de liquide donne le même pouvoir gélifiant, indépendamment du type de gélatine utilisé (Schrieber et Gareis, 2007).

3.3. Gélatine instantanée

La gélatine instantanée est produite avec deux procédés de production différents qui permettent de créer des propriétés uniques pour la gélatine. Le premier processus implique une hydrolyse acide qui décompose les molécules de collagène en fragments plus petits, tandis que le second processus utilise une enzyme protéolytique pour produire des peptides de gélatine de poids moléculaire plus faible (Schrieber et Gareis, 2007).

Une fois les processus de production terminés, la gélatine est soumise à des méthodes de séchage spéciales pour créer la forme instantanée de la gélatine. Les méthodes de séchage peuvent inclure la lyophilisation, le séchage par pulvérisation ou le séchage par contact. Ces techniques permettent de créer une gélatine en poudre qui se dissout rapidement et uniformément dans l'eau chaude ou froide, facilitant ainsi son utilisation dans les recettes culinaires et pharmaceutiques (Schrieber et Gareis, 2007).

3.4. Hydrolysats de gélatine

Un produit moderne de gélatine est l'hydrolysats de gélatine dont il existe plusieurs types réellement solubles dans l'eau froide. Cependant, ils ne possèdent pas de pouvoir gélifiant et sont donc connus sous le nom de types « zéro-bloom » ou, au sens de la réglementation alimentaire européenne, de « gélatine alimentaire non gélifiante ». Les poids moléculaires de ces types d'hydrolysats se situent dans une fourchette d'environ 500-25 000 g. mol⁻¹. Toutefois, dans le cas de l'hydrolysats, le collagène est décomposé au moyen d'une digestion enzymatique biochimique en plusieurs étapes. En raison de leurs nombreuses propriétés fonctionnelles, les hydrolysats de gélatine trouvent une large application dans de nombreux procédés industriels. Ils sont particulièrement adaptés à l'industrie alimentaire, où ils sont, par exemple, fréquemment utilisés comme agents de neutralisation du goût (**Schrieber et Gareis, 2007**).

4. Structure chimique

La structure primaire de la gélatine est similaire à celle du collagène, sa molécule mère. Le collagène contient une triple hélice au sein de sa structure, avec une succession de triplets d'acides aminés (Gly-Pro-Hyp)_n (**Liu et al., 2015**). Ce triplet est responsable de l'organisation en triple hélice. En effet, dans la structure, un acide aminé se trouve régulièrement au centre de l'hélice, seul le résidu glycine, dépourvu de chaîne latérale, peut occuper cette position. Ceci permet d'expliquer pourquoi la glycine est l'acide aminé le plus abondant dans le collagène (**Schrieber et Gareis, 2007**). Les groupements hydroxyles des résidus d'hydroxyproline participent à la formation de très nombreuses liaisons hydrogènes qui permettent de stabiliser l'ensemble de la structure (**Kielty et Grant, 2002 ; Schrieber et Gareis, 2007 ; Boran et Regenstein, 2010**). La teneur en hydroxyproline est particulièrement importante pour l'effet gélifiant. La composition en acides aminés des gélatines varie en fonction du prétraitement et montre, d'une manière générale, que le prétraitement acide (**type A**) modifie peu la composition en acides aminés de la gélatine par rapport au collagène dont elle dérive et que le prétraitement alcalin (**type B**) transforme les résidus asparagine et glutamine en acide aspartique et glutamique (**Schrieber et Gareis, 2007**).

La structure secondaire dépend de l'origine de la matière première et le type de traitement qui lui est appliqué. La gélatine n'est pas composée d'une seule taille de fraction de collagène ou de chaîne peptidique, mais est une combinaison de plusieurs fractions variant en taille, y compris la chaîne α entière du tropocollagène et des parties de chaînes α de différentes longueurs (**Eastoe et Leach, 1977**). La dénaturation du tropocollagène en gélatine peut fournir trois types de molécules. Les chaînes $\alpha 1$ et $\alpha 2$, les chaînes β qui sont issues de l'association

entre une chaîne α_1 et une chaîne α_2 (β_{11} ; β_{12}) ; et des chaînes γ , oligomères de 3 chaînes α (γ_{112}). Les chaînes α , β et γ se différencient par leurs masses moléculaires moyennes respectives de 100 000, 200 000 et 300 000 g.mol⁻¹. Ceci donne lieu à un mélange de fragments de différents poids moléculaires (**Dille et al., 2021**).

Étant donné que la gélatine est une dégradation du collagène, elle est intrinsèquement hétérogène et se compose d'une large gamme d'espèces moléculaires. En général, les gélatines ont une masse moléculaire moyenne en nombre (M_n) située entre 50 et 100 000 g.mol⁻¹, et une masse moléculaire moyenne en poids (M_w) comprise entre 100 et 1 000 000 g.mol⁻¹. L'indice de polydispersité (M_w/M_n) est souvent supérieur à 2 en raison de l'hétérogénéité intrinsèque de la gélatine (**Eastoe et Leach, 1977**).

5. Les propriétés rhéologiques de la gélatine

Les propriétés rhéologiques pourraient être utilisées pour estimer rapidement des éléments importants de la fonctionnalité potentielle des gels de gélatine. Ils ont récemment acquis de l'importance et ont trouvé des applications dans la détermination de la qualité de la gélatine. Elle est d'autant plus importante si la solution de gélatine utilisée doit être maintenue à une température plus élevée pendant plusieurs heures, comme dans le cas de la production de capsules de gélatine dures et molles. Dans les denrées alimentaires, la texture varie de liquide à semi-solide et à solide, ce qui influe sur l'acceptation par le consommateur (**Schrieber et Gareis, 2007**).

5.1. Force du gel

C'est l'une des caractéristiques de qualité les plus importantes utilisées dans l'industrie de la gélatine. Traditionnellement, ce paramètre détermine le prix d'un type particulier de gélatine, à l'exception des types non gélifiants, comme indication de la quantité de gélatine requise pour une application particulière (**Lu et al., 2022**).

La mesure analytique du pouvoir gélifiant est la valeur de Bloom. Le processus de mesure de ce paramètre porte le nom du scientifique américain « Oscar T. Bloom », qui a mis au point un appareil pour tester le pouvoir gélifiant des colles, gélatines et autres. La valeur de Bloom est le poids en grammes requis pour qu'un piston donné enfonce la surface d'un gel standard thermostaté à une profondeur définie dans des conditions standard.

Les valeurs Bloom pour les variétés commerciales de gélatine se situent dans une fourchette de 50 à 300 Bloom (**Rbii, 2010**). Elles sont relativement plus élevées que celles de la plupart des gélifiants courants, qui sont d'habitude des polysaccharides obtenus à partir de sources végétales (**Badii et Howell, 2006**). La gélatine à Bloom élevé présente des points de fusion et

de gélification plus élevés et des temps de gélification plus courts, ce qui est souhaité pour des applications alimentaires, notamment les gelées et les flans (**Jones, 1977**).

5.1.1. Gélification

La gélification peut être considérée comme le fait que la gélatine retrouve la structure du collagène, mais cela ne serait pas tout à fait exact, car la conversion du collagène en gélatine est un processus irréversible, bien que la gélatine puisse partiellement retrouver la structure du collagène en récupérant les réticulations. Plus la quantité de réticulations récupérées est importante, plus la force et la viscosité du gel sont élevées, ainsi que les températures de fusion et de gélification (**Belitz et al., 2004**). La concentration des chaînes α et la vitesse de refroidissement sont les facteurs les plus importants pour la gélification. De même, des taux de refroidissement lents permettent une plus grande formation de liaisons transversales intra et intermoléculaires, alors qu'un refroidissement rapide ne le permet pas (**Belitz et al., 2004**).

5.1.2. La cinétique de la formation du gel

La première étape de la gélification est la formation de régions localement ordonnées causée par le retour aléatoire partiel (renaturation) de la gélatine en hélices de type collagène (pli collagène). Par la suite, un réseau tridimensionnel continu de micelles frangées se forme dans tout le système, probablement en raison de la formation de liaisons non spécifiques entre les segments les plus ordonnés des chaînes. Les liaisons hydrophobes, hydrogènes et électrostatiques peuvent être impliquées dans la liaison croisée. Comme ces liaisons sont rompues par le chauffage, le gel est thermoréversible. La formation des liaisons croisées est la partie la plus lente du processus, de sorte que dans des conditions idéales, la résistance du gel augmente avec le temps, à mesure que des liaisons croisées se forment. L'effet total est une augmentation de la masse moléculaire moyenne et de l'ordre en fonction du temps (**Schrieber et Gareis, 2007**).

5.1.3. Point de gélification, point de fusion et temps de gélification

La gélatine est un agent gélifiant capable de former des gels thermoréversibles, ce qui signifie que lorsque le gel de gélatine est chauffé, il se ramollit et se transforme en liquide. Elle est capable de reprendre sa forme de gel lorsque la solution est de nouveau refroidie (**Stainsby, 1977**). Le point de gélification indique la température à laquelle une solution de gélatine se gélifie. Il s'agit d'un critère important, dans la fabrication de capsules, ou les couches d'un film photographique doivent se gélifier dans un délai de temps très court, mais également dans de nombreuses autres applications (**Schrieber et Gareis, 2007**).

5.2. La viscosité

La viscosité exprime la résistance des liquides à l'écoulement et la dispersion des solutions colloïdales. (**Schrieber et Gareis, 2007**). La viscosité des solutions de gélatine est influencée par la concentration de gélatine, la température, la masse moléculaire de l'échantillon de gélatine, le pH, les additifs et les impuretés. En solution aqueuse au-dessus de 40 °C, la gélatine présente un comportement newtonien. La viscosité des solutions de gélatine augmente avec la concentration de gélatine et diminue avec la température. Pour une gélatine donnée, la viscosité est minimale au point isoélectrique et atteint un maximum aux valeurs de pH proches de 3 et 10,5. À des températures comprises entre 30 et 40 °C, un comportement non newtonien est observé, probablement dû à la liaison des molécules de gélatine pour former des agrégats. L'ajout de sel diminue la viscosité des solutions de gélatine. Cet effet est plus évident pour les solutions de gélatine concentrées (**Sebastian, 2014 ; Gmia, 2019**).

5.3. Les propriétés texturales de la gélatine (Analyse du profil de texture TPA)

Le Test de Profil de Texture (TPA) est couramment utilisé pour évaluer la texture de divers aliments, y compris la gélatine. Ce test fonctionne en appliquant une force contrôlée sur le produit et en enregistrant sa réponse dans le temps, ce qui permet de déterminer les propriétés texturales de l'aliment. Étant donné que le TPA imite la morsure de la bouche, il peut donner une indication des propriétés sensorielles de la gélatine (**Chandra et Shamasundar, 2015**).

L'instrument de TPA est un outil précieux pour évaluer la texture de la gélatine, en fournissant des paramètres tels que la dureté, la cohésion, l'élasticité et la mastication. Ces paramètres permettent d'évaluer la qualité de la gélatine, et les résultats peuvent être analysés à l'aide d'un programme informatique dédié, présentant les résultats sous forme de courbe (**Yusof et al., 2019**).

6. Propriétés Techno-fonctionnelles

6.1. Pouvoir moussant

Le pouvoir moussant de la gélatine permet d'augmenter dans de fortes proportions le volume d'un mélange d'ingrédients à condition qu'il comporte de l'eau. La phase gazeuse ou les bulles d'air créées par battage du mélange sont capturées dans des microbilles de gélatine et maintenues dans un état de dispersion stable (**Ward, 1977**). La gélatine possède également des propriétés tensioactives qui vont la conduire à s'adsorber à l'interface gaz/ eau, puis à stabiliser la mousse par gélification en surface (**Schrieber et Gareis, 2007**).

Ces propriétés de surface de la gélatine sont basées sur le fait que les chaînes latérales de la gélatine, comme celles de toutes les protéines, ont des groupes chargés et que certaines

parties de la séquence de gélatine contiennent des acides aminés hydrophiles ou hydrophobes. Les parties hydrophobes et hydrophiles ont tendance à migrer vers les surfaces, réduisant ainsi la tension superficielle des solutions aqueuses. En même temps, la gélatine possède plusieurs propriétés qui protègent et stabilisent les surfaces formées. Cette propriété multifonctionnelle de la gélatine est utilisée dans la production et la stabilisation des mousses et des émulsions. La capacité à former et à stabiliser des mousses dépend de la structure moléculaire de la substance en question. Fondamentalement, elle doit avoir des caractéristiques tensioactives, car c'est la seule façon de faire mousser un produit en réduisant la tension superficielle à l'interface liquide/air (Gmia, 2019).

6.2. Fonction de colloïde protecteur

La gélatine est un colloïde protecteur très efficace. Elle empêche l'agrégation des cristaux et des particules et stabilise ainsi les suspensions et les dispersions hétérogènes. Dans le cas des émulsions photographiques appliquées sur un support photographique tel que le film ou le papier, la gélatine agit, en même temps comme support et agent pour la couche photosensible, et comme un colloïde protecteur (Gmia, 2019).

6.3. Solubilité

Lorsque les granulés de gélatine sont trempés dans l'eau froide, ils s'hydratent en particules discrètes et gonflées. Lorsqu'elles sont réchauffées aux environs de 60 °C, ces particules gonflées se dissolvent pour former une solution. Cette méthode de préparation des solutions de gélatine est préférée, en particulier lorsque des concentrations élevées sont souhaitées (Schrieber et Gareis, 2007).. Le comportement des solutions de gélatine est influencé par la température, le pH, la teneur en cendres, la méthode de fabrication, l'historique thermique et la concentration (Le Hir, 2001).

La gélatine est soluble dans les solutions aqueuses d'alcools polyhydriques tels que le glycérol et le propylène glycol. La gélatine est insoluble dans les solvants organiques moins polaires tels que le benzène et l'acétone (Ward, 1977).

6.4. Pouvoir épaississant

La gélatine présente des propriétés épaississantes lorsque ses molécules ne peuvent pas s'associer fortement entre elles. Leur simple présence gêne la mobilité du liquide dans lequel elles sont dispersées et conduisent à une augmentation de la viscosité de la solution. Ainsi, ses molécules peu déformables, rigides forment au repos des édifices stabilisés par des interactions faibles (liaisons hydrogène, forces de Van der Waals). Cette propriété lui permet d'être utilisée dans le processus de fabrication des produits alimentaires comme épaississant dans les sauces

et les repas pour donner une consistance crémeuse. Le pouvoir gélifiant rend possible le passage d'un produit d'une structure liquide à une structure « gel ».

Le gel obtenu avec la gélatine est thermoréversible. La conversion solution/gel est réversible et peut être répétée. Toutefois, la succession de réchauffements et de refroidissements dégrade quelque peu la structure de la gélatine (Schrieber et Gareis, 2007).

6.5. Pouvoir filmogène

La gélatine possède une propriété essentielle dans l'industrie pharmaceutique, à savoir son pouvoir filmogène. Cette caractéristique est largement utilisée, car la gélatine est capable de former un film résistant, transparent et flexible, qui peut se dissoudre facilement. Cela en fait un composant clé dans la fabrication des capsules médicales. La formation des films de gélatine implique l'application d'une solution concentrée de gélatine sur une surface plane, telle qu'une plaque en verre ou un moule destiné à donner forme à la capsule. Ensuite, la solution passe de l'état liquide à l'état solide, formant ainsi le film de gélatine (Schrieber et Gareis, 2007 ; Rbii, 2010). Cette propriété est mise à profit dans la fabrication de capsules dures et molles et en microencapsulation des principes actifs (Ward, 1977). L'épaisseur du film est comprise entre 80 et 150 μm pour les capsules dures, et entre 250 et 500 μm pour les capsules molles (Schrieber et Gareis, 2007).

6.6. Pouvoir émulsifiant

En tant que protéine, la gélatine s'adsorbe à l'interface des gouttelettes d'huiles, et ainsi stabilise l'émulsion de type huile/eau. Cette stabilisation est accentuée par la propriété de gélification à l'interface. Ce pouvoir émulsifiant de la gélatine lui permet d'obtenir, par brassage, une dispersion homogène dans un mélange de constituants naturellement non miscibles (Surh et Decker, 2006).

6.7. Pouvoir stabilisant

La prise en gel permet la stabilisation et la protection des solutions colloïdales et des émulsions. Le pouvoir stabilisant de la gélatine est souvent supérieur à celui d'autres polymères naturels (Schrieber et Gareis, 2007).

6.8. Le Pouvoir gélifiant

La gélatine présente des propriétés gélifiantes si ses particules sont capables de s'assembler pour former un réseau tridimensionnel poreux au sein duquel le liquide de dispersion est immobilisé. Pour former ce réseau, les molécules interagissent fortement entre elles dans des zones limitées appelées zones de fixation ou zones de jonction. La solidité et le nombre de zones de fixation déterminent les caractères rigides et réversibles d'un gel (Martini et Seiller, 2000).

Parmi les critères les plus importants qui déterminent la qualité de la gélatine ; c'est le degré de bloom qui se trouve généralement entre 50 et 300. Il caractérise le pouvoir gélifiant et filmogène de la gélatine (**Schrieber et Gareis, 2007**). Ce pouvoir dépend de la concentration et de la force intrinsèque de la gélatine qui a la capacité de former des gels thermoréversibles en fonction de la température. Cette propriété est très importante pour étudier les applications de la gélatine (**Schrieber et Gareis, 2007**).

7. Caractéristiques physico-chimiques de la gélatine

7.1. pH

Le pH est considéré comme un paramètre important, car il peut affecter les propriétés de la gélatine, ce qui sert à déterminer l'application ultérieure de la gélatine. La mesure standardisée s'effectue sur des solutions à 6.67 % (**Gmia, 2019**). Toutes les solutions de gélatine ont un pH qui varie en fonction du traitement subi par les matières premières lors de l'étape d'extraction (**Alfaroet al., 2014**). Le pH est parfois spécifié dans des réglementations avec une plage très large. Cependant, il s'agit également d'un critère qui peut influencer le traitement ultérieur de la gélatine. Par exemple, il a une influence considérable sur la formation de mousse et l'interaction de la gélatine avec les autres composants d'une formulation particulière (**Sebastian, 2014**).

7.2. Point isoélectrique

Le point isoélectrique (**PIE**) est le pH auquel une molécule de gélatine présente une charge électrique neutre. Il conditionne les transformations de gélatine qui ne sont pas tout à fait identiques en milieu alcalin et en milieu acide. La différence essentielle se situe dans la valeur du point isoélectrique de la gélatine obtenue (**Sebastian, 2014**). Pour la gélatine de type A, cela correspond au pH d'environ 8-9, similaire à celui du collagène, tandis que pour le type B, il est d'environ 4,8-5,5. Lorsque la gélatine de type B (basique) est conditionnée en milieu alcalin, presque toute l'asparagine et la glutamine sont converties en acides aspartique et glutamique, respectivement. En revanche, la composition en acides aminés du collagène et de la gélatine de type A (acide) conditionnée en milieu acide est pratiquement identique (**Schrieber et Gareis, 2007**).

7.3. Cendres

La teneur en cendres de la gélatine varie en fonction du type de matière première et de la méthode de traitement. La teneur en cendres d'une telle gélatine est de l'ordre de deux à trois pour cent. L'industrie pharmaceutique exige en fait un taux de cendres inférieur à 1 % pour certaines applications. Pour les couches photographiques spéciales, il faut une gélatine

pratiquement exempte de sel, c'est-à-dire dont la teneur en certains cations n'est que de quelques parties par million (Gmia.,2019).

7.4. Humidité

Les poudres de gélatine commerciales et celles produites à petite échelle à des fins de recherche contiennent une quantité d'eau qui varie en raison des différences dans les méthodes de traitement et de séchage (Eastoe et Leach, 1977). La teneur en eau de la gélatine est importante pour la facilité et la durée de stockage, car une teneur en eau élevée favorise l'altération microbienne. Le séchage à la chaleur et la lyophilisation représentent les deux méthodes les plus couramment utilisées pour éliminer l'eau des préparations de gélatine. Le séchage à la chaleur se fait généralement à basse température, entre 40 et 60 °C, pendant plusieurs heures à plusieurs jours (Hinterwaldner, 1977). La lyophilisation peut être une méthode beaucoup plus rapide que le séchage à la chaleur et peut être capable d'éliminer l'eau tout en causant moins de dommages à la gélatine.

En règle générale, la gélatine séchée à l'air contient 8 à 12 % d'eau à la livraison ; si la teneur en eau dépasse 16 %, il y a un risque de formation de grumeaux et de développement microbiologique (Schrieber et Gareis, 2007).

7.5. Protéines

La teneur en protéines de la gélatine dépend de la source et du type de collagène utilisé, ainsi que du processus de production et de purification. En général, la gélatine contient entre 85 et 90 % de protéines. Cependant, cette teneur peut varier en fonction des conditions de production et de la qualité de la matière première. La gélatine est donc une source importante de protéines pour les secteurs alimentaires et pharmaceutiques (Schrieber et Gareis, 2007).

7.6. Couleur

La couleur de la gélatine dépend de la nature de la matière première utilisée. Les gélatines de peau de porc sont généralement moins colorées que celles extraites à partir d'os ou de peau de bovin. D'une manière générale, la couleur n'influence pas les propriétés de la gélatine et ne réduit pas son utilité (Sakouma, 2014).

7.7. Turbidité

La présence de turbidité peut être considérée comme un indicateur d'un traitement inadéquat ou de gélatines de qualité inférieure. Elle est évaluée en mesurant la solution de gélatine et le gel formé. Cette mesure reflète le degré de « trouble » de la solution ou l'opalescence du gel (Sakouma, 2014).

La turbidité peut être due à des matières insolubles ou étrangères sous forme d'émulsions ou de dispersions qui se sont stabilisées grâce à l'action colloïdale protectrice de la gélatine, ou à

un trouble isoélectrique. Ce trouble est maximal au point isoélectrique dans les solutions à environ 2 %. À des concentrations plus élevées ou à des pH différents, le trouble sera sensiblement moindre (Schrieber et Gareis, 2007).

8. Domaines d'application

La demande mondiale pour la gélatine est en hausse. Des qualités particulières sont recherchées par plusieurs industries, notamment l'industrie agro-alimentaire afin d'obtenir des textures spécifiques. Elle est également utilisée dans d'autres secteurs tels que l'industrie pharmaceutique et photographique.

8.1. Domaine alimentaire

Dans la production alimentaire moderne, la gélatine est utilisée de la manière la plus diverse (Tableau 2). La raison principale est sa capacité unique à réagir à la chaleur. Sa texture agréable et son fondant en bouche en font un ingrédient irremplaçable dans l'industrie alimentaire. De nombreux produits allégés, réduits ou pauvres en matières grasses n'existeraient pas sans la gélatine. Elle est ainsi présente, par exemple, dans la margarine ou le beurre allégé, les pâtes à tartiner ou les fromages à taux réduits en matières grasses. La gélatine est sans goût, lie de grandes quantités d'eau, forme des gels et procure une formidable sensation en bouche. La gélatine alimentaire est indispensable dans de nombreuses confiseries, telles que les bonbons gélifiés (oursons, gommes), les caramels mous, les guimauves et les marshmallows, les meringues, les réglisses, les têtes de nègre, etc. Elle leur confère une grande élasticité, une consistance optimale pour la mastication et améliore leur durée de conservation. C'est la gélatine qui donne aux terrines et aux aspics leur apparence si appétissante. De nombreuses variétés ou de saucissons au poivre sont protégées contre le dessèchement par un film de gélatine qui les protège également de la lumière et de l'oxygène (Sakouma, 2014). Les acides aminés contenus dans les peptides peuvent être utilisés pour prévenir l'oxydation des aliments, qui est le principal problème de détérioration des aliments (Gmia, 2019).

8.1.1. Confiserie

Les confiseries sont généralement fabriquées à partir d'une base de sucre, de sirop de maïs et d'eau. À cette base sont ajoutés des arômes, des colorants et des modificateurs de texture. La gélatine est largement utilisée dans les confiseries, car elle mousse, se gélifie ou se solidifie en une pièce qui se dissout lentement ou fond dans la bouche. Les confiseries telles que les oursons gommeux contiennent un pourcentage relativement élevé de gélatine. Ces bonbons se dissolvent plus lentement, ce qui prolonge le plaisir du bonbon tout en adoucissant son goût. La gélatine est utilisée dans les confiseries fouettées telles que les guimauves, où elle sert à réduire la tension superficielle du sirop, à stabiliser la mousse par une viscosité accrue, à fixer la mousse

par gélification et à empêcher la cristallisation du sucre. La gélatine est utilisée dans les confectons moussées à un niveau de 2 à 7 %, selon la texture souhaitée. Les mousses gommeuses utilisent environ 7 % d'une gélatine de 175 Bloom. Les producteurs de guimauve utilisent généralement 2,5 % d'une gélatine de type A à 250 Bloom (**Tableau 2**) (**Ward, 1977**).

8.1.2. Desserts à la gélatine

Les desserts à la gélatine restent populaires. Les consommateurs d'aujourd'hui sont préoccupés par l'apport calorique. Les desserts à la gélatine ordinaire se préparent facilement, ont un goût agréable, sont nutritifs et sont disponibles dans une variété de saveurs et contiennent uniquement 80 calories par portion d'une demi-tasse. Les versions sans sucre contiennent seulement huit calories (**Gmia, 2019**).

8.1.3. La gélatine dans les viandes

La gélatine est utilisée pour gélifier les aspics, le pâté de tête, des boudins de poulet, et les produits de viande gélifiés de toutes sortes (**Tableau 2**). La gélatine a pour fonction d'absorber les jus de viande et de donner forme et structure à des produits qui, autrement, se désagrègeraient. Le niveau d'utilisation normal varie de 1 à 5 % selon le type de viande, la quantité de bouillon, le Bloom de gélatine et la texture souhaitée dans le produit final (**Gmia, 2019**).

8.1.4. Clarification des boissons et des jus

La gélatine est traditionnellement utilisée pour clarifier le vin, la bière et les jus de fruits. Le collage de ces boissons nécessite uniquement 40 à 80 parties par million d'une gélatine de 100 à 200 Bloom. Dans la pratique, une solution de gélatine diluée (1 à 3 %) est introduite dans le haut de la cuve, puis on la laisse se déposer avant la filtration (**Schrieber et Gareis, 2007**).

8.1.5. Utilisations diététiques spéciales

La gélatine sous forme hydrolysée est utilisée pour enrichir en protéines les aliments diététiques. La gélatine hydrolysée séchée contient plus de 92 % de protéines. Elle est d'habitude mélangée à d'autres protéines hydrolysées pour équilibrer les aspects nutritionnels en acides aminés. Les soupes, les milk-shakes et les boissons aux fruits sont des utilisations courantes des hydrolysats de gélatine (**Gmia, 2019**).

Tableau 2. La multifonctionnalité de la gélatine dans la production de produits alimentaires (Ward, 1977).

Application de la gélatine	Bloom	Concentration	Fonctions principales	Fonctions secondaires
Desserts	200–260	1,5–3,0 %	Formation de gel	Texture, transparence, brillance
Gommes aux fruits	200–280	6,0–10,0 %		Texture, élasticité, transparence et brillance.
Marshmallows	160–260	1,0–3,0 %	Formation de mousse	Stabilisateur de mousse, gélification
Nougat	180–220	1,5–3,0 %		Stabilisateur de mousse, formation de gel
Pastilles	160–220	1,0–2,0 %	Liant d'eau	Texture, amélioration des propriétés de fonte dans la bouche, empêche la désintégration.
Caramels	140–200	0,5–2,5 %	Émulsifiant	Stabilisateur de mousse Masticabilité
Yaourt	220–260	0,2–1,0 %	Synergie Texture	Mousse crémeuse
Dessert au lait	180–240	0,3–3,0 %	Formation de mousse	Texture, stabilisation
Dessert au lait gélifié	180–240	1,0–2,0 %	Formation de gel	Texture, crémeux
Pâte à tartiner pour sandwich (sans viande)	240–280	0,3–1,5 %	Stabilisateur d'émulsions	Texture, crémeux
Viande et saucisses	220–260	0,5–2,0 %	Liant d'eau	Texture, crémeux
Liant - bouillons et conserves de viande	220–260	0,5–2,0 %	Agent liant	Texture, tranchabilité

8.2. Domaine pharmaceutique

La gélatine est omniprésente dans diverses applications pharmaceutiques (Sebastian, 2014). En effet, la gélatine est polyvalente dans les applications de l'industrie pharmaceutique en raison de ses caractéristiques chimiques uniques et est considérée comme un excipient d'administration de médicaments dans de nombreuses formes de dosages pharmaceutiques, telles que la fabrication des gélules et des capsules. Elle offre une protection aux médicaments contre les effets néfastes de la lumière et de l'oxygène. Les gélules sont surtout utilisées pour les médicaments liquides, tandis que les capsules sont utilisées pour les poudres. La gélatine permet de lier les principes actifs du médicament et de prolonger leur durée de conservation. De plus, en effectuant une sélection et un dosage précis, la gélatine peut influencer la vitesse de libération des principes actifs, accélérant ou retardant leur effet (effet retard). L'enrobage des comprimés avec de la gélatine facilite leur ingestion par les patients (Djagny et al., 2001).

8.2.1. Capsules de gélatine

Environ 90 % de toute la gélatine pharmaceutique produite est transformée en capsules. Les capsules de gélatine sont des formes de médicaments solides à dose unique. Les capsules de gélatine protègent leur contenu dans une très large mesure contre les effets de la lumière, de l'oxygène atmosphérique, de la contamination et de la croissance microbienne. Il existe deux types de capsules ; molles et dures. Elles diffèrent par la composition de l'enveloppe de la capsule, le type de médicament qu'elles contiennent et la méthode de fabrication utilisée (Schrieber et Gareis, 2007).

8.2.2. Comprimés

Les comprimés sont généralement enrobés pour réduire la formation de poussière, masquer les goûts désagréables et permettre l'impression et les revêtements de couleur pour l'identification du produit. Le processus d'enrobage devient de plus en plus aqueux, ce qui permet l'utilisation de la gélatine. Les formulations typiques pour l'enrobage comprennent un sucre, un pigment et de la gélatine pour servir de filmogène. La méthode d'enrobage la plus populaire utilise un bac d'enrobage à rouleaux et l'ajout de la solution d'enrobage sous forme de pulvérisation fine (Gmia, 2019).

8.2.3. Suppositoires

La gélatine glycinée est d'habitude utilisée comme véhicule pour les suppositoires à insérer dans le rectum, le vagin ou l'urètre. La fermeté du produit fini est ajustée en faisant varier la concentration de gélatine dans la formule. Les critères pour formuler des suppositoires sont que la base (gélatine) 1) soit non toxique et non irritante pour les muqueuses, compatible avec une variété de médicaments, 2) fonde ou se dissout dans les fluides corporels, et 3) soit stable au

stockage. Les suppositoires sont généralement moulés par compression ou par moulage par fusion. La base de gélatine offre toutes les caractéristiques requises par l'une ou l'autre méthode. Les deux types de gélatine procurent chaque caractéristique avantageuse pour la formulation en fonction de l'actif et du domaine d'application (Gmia, 2019).

8.2.4. Émulsions de gélatine

La préparation d'une émulsion d'huile avec de la gélatine pour une utilisation topique permet de stocker les huiles et de maintenir la distribution et la taille des gouttelettes sur de longues périodes. Selon la concentration et la température, l'émulsion peut être fluide, semi-solide ou solide (Gmia, 2019).

8.2.5. Microencapsulation

La gélatine est utilisée pour produire des huiles microencapsulées pour diverses utilisations dans des applications nutritionnelles et pharmaceutiques (Gmia, 2019). La méthode traditionnelle d'encapsulation est connue sous le nom de coacervation, dans laquelle l'huile dispersée est encapsulée par la gélatine à l'interface entre la phase aqueuse et les phases non aqueuses. Des exemples courants de cette méthode incluent les compléments alimentaires à base de vitamines et les multivitamines. Les microcapsules typiques ont une taille comprise entre 5 et 500 microns (Schrieber et Gareis, 2007).

8.2.6. Éponge de gélatine absorbable

La gélatine est utilisée sous la forme d'une éponge stérile et insoluble dans l'eau pour contrôler les saignements pendant les interventions chirurgicales. Elle est ensuite absorbée sur une période de 4 à 6 semaines (Gmia, 2019).

8.2.7. Substituts de plasma

Une solution de gélatine modifiée (3,0 à 5,5 %) et de sels est couramment utilisée comme substitut de plasma pendant une chirurgie d'urgence (Gmia, 2019).

8.2.8. Utilisations médicales

Les hydrolysats de gélatine contiennent des peptides bioactifs qui peuvent garantir un remède naturel à de graves problèmes de santé tels que l'hypertension et le cancer (Nasri et al., 2013 ; Lafarga et Hayes, 2014). La gélatine est considérée comme un excipient innovant dans la technologie médicale moderne. Parmi ses nombreuses applications, elle est utilisée comme adhésif pour l'implantation de valves cardiaques en microchirurgie (Gmia, 2019).

8.3. Cosmétiques

Ces derniers temps, la gélatine est devenue un ingrédient courant dans de nombreux produits de soins de santé et de beauté. Elle est souvent utilisée dans les crèmes cosmétiques pour ses propriétés anti-âges et son pouvoir de réduction des rides et des vergetures, ainsi que pour ses vertus régénérantes et rajeunissantes pour la peau. Dans l'industrie cosmétique, la gélatine est appelée « protéine animale hydrolysée » et sert d'agent de conditionnement dans les shampoings, les après-shampoings, les rouges à lèvres et les vernis à ongles. Les hydrolysats de gélatine sont particulièrement populaires dans les produits de soins capillaires pour aider à renforcer et à maintenir l'épaisseur et la force des cheveux (Gmia, 2019). Pour d'autres produits cosmétiques tels que les masques pour le visage, elle peut lisser et renforcer la texture de la peau. Cependant, en raison de développements récents et de l'incompréhension ou de la méconnaissance de la plupart des gens, son utilisation a considérablement diminué, car de plus en plus de marques renoncent à formuler des cosmétiques avec des ingrédients d'origine animale (Abdullah et al., 2018).

8.4. Autres applications

Dotés de pouvoir surfactant, les hydrolysats de gélatine sont incorporés dans des détergents garantissant une bonne tolérance cutanée et protégeant la peau de l'effet agressif des tensioactifs. La gélatine est également utilisée dans les lessives spéciales pour la laine, la soie et les autres textiles délicats comme protéines protectrices des fibres (Schrieber et Gareis, 2007).

Le pouvoir collant de la gélatine est utilisé avantageusement dans la fabrication de rubans d'emballage, de décalcomanies, de rubans gommés, de laminés de verre et de joints de liège de composition. Les reliures de livres à couverture rigide utilisent généralement des adhésifs à base de gélatine. Les panamas sont encollés avec de la gélatine. L'encollage permet de préserver la forme du chapeau tout en lui conférant une résistance à l'eau et à la saleté. Une technologie émergente implique l'utilisation de la gélatine pour dimensionner les fibres de quartz pour les tissus de l'ère spatiale (Gmia, 2019).

Les papiers de haute qualité à base de chiffon, tels que ceux utilisés pour les plans et la monnaie, présentent également une couche de gélatine. Le résultat est un papier qui présente une bonne résistance à l'humidité et à l'abrasion ainsi qu'une bonne adhérence aux encres d'impression (Gmia, 2019).

Certaines formulations d'encre de haute qualité comprennent une petite quantité de gélatine comme agent de suspension, épaississant ou colloïde protecteur (Meyer et al., 2000).

La gélatine est également utilisée presque universellement comme liant pour le mélange complexe de produits chimiques utilisés pour former la tête d'une allumette en raison de ses propriétés d'activité de surface importantes et qui influencent les performances de l'allumette lors de l'allumage (**Schrieber et Gareis, 2007**).

Enfin, les surfaces des métaux tels que l'aluminium, le laiton, le cuivre, le fer et l'acier peuvent être protégées de la corrosion en les recouvrant de films de gélatine (**Schrieber et Gareis, 2007**).

Chapitre III

**Plans d'expériences et méthodologie
pour surfaces de réponses**

Introduction

Le plan d'expérience (PEX) est très largement utilisé dans divers domaines scientifiques en raison de ses avantages, tels que la réduction du nombre d'expériences à réaliser, ce qui permet de réduire considérablement les travaux au laboratoire, afin d'extraire le maximum d'informations (Ahmed et al., 2013). Le domaine de la méthodologie des surfaces de réponse comprend la stratégie expérimentale pour explorer l'espace des variables de processus ou variables indépendantes, la modélisation statistique empirique pour développer une relation d'approximation appropriée entre le rendement et les variables de processus, et les méthodes d'optimisation pour trouver les valeurs des variables de processus qui produisent des valeurs souhaitables de la réponse.

1. Définition des plans d'expérience

Les plans d'expériences ou PEX (en anglais, *design of experiments - DOE*) est une méthodologie statistique formelle permettant à un expérimentateur d'établir une corrélation statistique entre un ensemble de variables d'entrée (X) appelées facteurs, ou « *inputs* » et un résultat choisi du système/processus de l'étude (Y) appelée réponse ou « *outputs* » (Figure1.

Entrées et sorties d'une expérience (Penas, 2011).

sous certaines incertitudes (α) (Astakhov, 2012). La PEX est un outil mathématique utilisé pour définir l'importance de variables spécifiques du processus et/ou du produit, et comment les contrôler pour optimiser les performances du système tout en maximisant les propriétés (Makary et al., 2016).

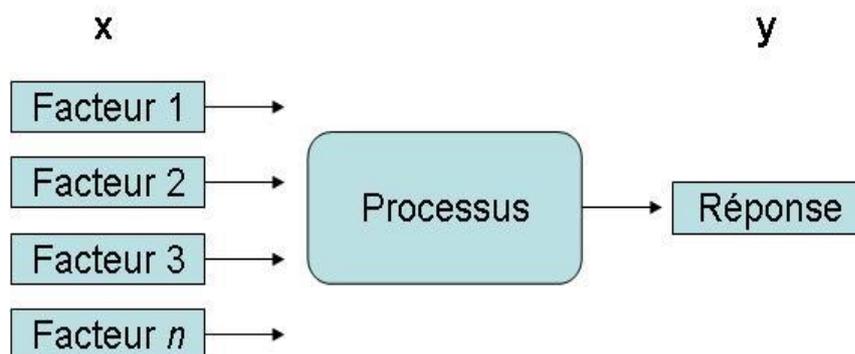


Figure1. Entrées et sorties d'une expérience (Penas, 2011).

2. Objectifs d'utilisation des plans d'expériences

Les plans d'expériences s'inscrivent dans une démarche générale d'amélioration de la qualité, dont les objectifs sont les suivants (Goupy, 2013) :

- La détermination des facteurs clés d'un système ou d'un procédé (comparaison, criblage) ;
- L'optimisation des réglages d'un procédé de fabrication ou d'un appareil de mesure ;
- La prédiction par modélisation du comportement d'un procédé.

3. Étapes de réalisation des plans d'expériences

Le processus de conception d'expériences a été planifié pour être réalisé selon les étapes suivantes (**Sreeraj et Kannan, 2012**) :

- Définir les objectifs, les moyens et les critères, autrement dit identifier les facteurs et les réponses ;
- Définir les limites des variables du processus ; il s'agit d'une synthèse du « savoir-faire » ;
- Développer la matrice de conception ou construction du plan ;
- Réaliser les expériences selon la matrice de conception ou conduite des essais ;
- Enregistrer les réponses et interpréter les résultats ;
- Développer des modèles mathématiques et vérifier l'adéquation des modèles développés ;
- Enfin, réaliser des tests de conformité.

4. Termes et concepts communs des plans d'expériences

La conception et l'analyse expérimentale ont des termes standardisés différents de ceux utilisés pour l'échantillonnage (**Schwarz, 2012**).

- Facteurs ou « entrées » pour le processus** : c'est l'une des variables sous le contrôle de l'expérimentateur qui varie sur différentes unités expérimentales. Les facteurs peuvent être classés en variables contrôlables ou non contrôlables.
- Niveaux et domaine d'étude de chaque facteur** : en plans d'expériences, le niveau bas (-1) et le niveau haut (+1) définissent le domaine d'étude du facteur (x). Le domaine d'étude d'un facteur indique la plage de valeurs sur laquelle ce facteur peut varier. Ces concepts sont essentiels pour concevoir des expériences qui permettent de comprendre comment les différentes variables interagissent et influencent les résultats (**Figure 2**).

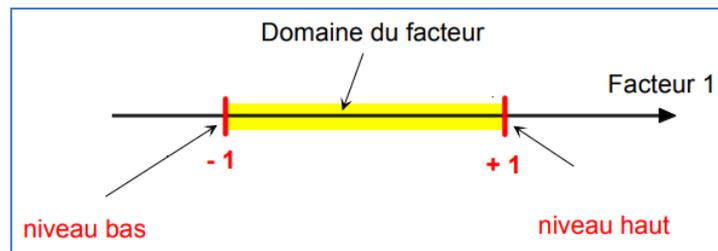


Figure 2. Domaine de variation du facteur constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas (-1) et le niveau haut (+1) du facteur x (Goupy, 2006).

- c. **Matrice d'expériences** : c'est la matrice qui regroupe les différentes valeurs prises par les variables encodées lors de la mise en œuvre des diverses expériences prévues dans le cadre du plan sélectionné.
- d. **Traitement** : il s'agit de la combinaison de niveaux de facteurs, appliquée à une unité expérimentale. Par exemple, avec deux facteurs ayant respectivement 2 et 3 niveaux, il y a 6 combinaisons de traitements possibles.
- e. **Réponse ou « sorties » d'expériences** : c'est le résultat qui est mesuré après l'analyse.

5. Types de plans d'expériences

5.1. Plans d'expérience de criblage (screening)

Il existe deux types de plans d'expériences, un plan factoriel complet et un plan factoriel fractionné.

5.1.1. Plan factoriel complet

Dans un plan factoriel complet (PFC), l'effet de tous les facteurs et de leurs interactions sur le(s) résultat(s) sont étudiés. Le plan expérimental le plus courant est celui où tous les facteurs d'entrée sont fixés à deux niveaux chacun. Ces niveaux sont appelés respectivement niveau haut (+ 1) et bas (- 1). Un plan d'expérience avec tous les groupements haut/bas possibles de tous les facteurs d'entrée est appelé plan factoriel complet à deux niveaux. S'il y a k facteurs, chacun à 2 niveaux, un plan factoriel complet sera de 2^k séries. Lorsque le nombre de facteurs k est supérieur à cinq, un plan factoriel complet nécessite un grand nombre de séries expérimentales. Ce type de plan n'est pas efficace (Granato et al., 2014), ni économique et ni réalisable sur le plan pratique (Luftig et Jordan, 1998). Figure 3 illustre graphiquement cette complexité croissante avec le nombre de facteurs.

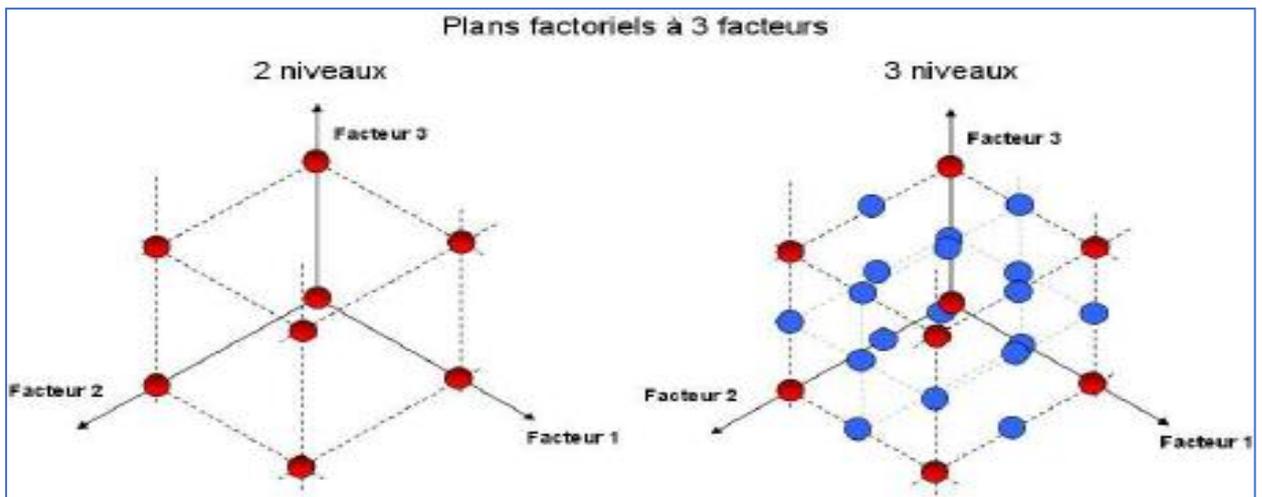


Figure 3. Plans factoriels complets à 22 et à 23 (Areny, 2011).

5.1.2. Plan factoriel fractionné

Les plans factoriels fractionnés (ou fractionnaires) sont des plans qui incluent les combinaisons les plus importantes de variables. La signification des effets trouvés en utilisant ces plans est exprimée par des méthodes statistiques. La plupart des plans présentés plus tard sont des plans factoriels fractionnés. Cela est nécessaire afin d'éviter l'explosion exponentielle. Très souvent, le problème du plan d'expérience est défini comme la recherche du nombre minimum d'expériences pour l'objectif de l'étude (Anderson and Whitcomb, 2010). Dans un plan factoriel complet à deux niveaux, le nombre d'essais requis est de 2^k , où k représente le nombre de facteurs. À mesure que le nombre de facteurs dans un plan factoriel à deux niveaux augmente, le nombre d'essais nécessaires pour un plan complet augmente rapidement. Par exemple, un plan complet avec 6 facteurs nécessite 64 essais, tandis que pour 7 facteurs, il en faut 128. A cet effet, l'utilisation de " 2^{k-q} " dans le contexte des plans factoriels fractionnés vise à concevoir une configuration expérimentale optimale en réduisant le nombre d'essais nécessaires. Dans cette notation, " k " représente le nombre total de facteurs, tandis que " q " est le nombre de facteurs choisis pour être fractionnés, c'est-à-dire ceux que l'on ne teste pas à tous les niveaux. Cette approche permet d'optimiser l'utilisation des ressources tout en maintenant la validité scientifique de l'étude, en se concentrant sur les facteurs les plus influents sans sacrifier la fiabilité des conclusions (Goupy, 2006).

5.1.3. Autres plans

Ces plans permettent de choisir parmi les k facteurs étudiés ($k > 2$) ceux qui influencent significativement la réponse.

a. Plan de Plackett et Burman : le plan Plackett et Burman (1946) est un plan factoriel fractionné très utilisé comme outil de criblage, car le nombre d'expériences proposées est proche du nombre de facteurs étudiés. Les essais sont réalisés selon une matrice dite « matrice d'Hadamard » qui propose pour chaque facteur deux niveaux à étudier : (-1) pour le niveau minimal et (+1) pour le niveau maximal.

b. Plan de Taguchi : Taguchi propose l'utilisation des plans expérimentaux dits « arrangements orthogonaux ». C'est une conception factorielle qui indique l'influence de différents paramètres sur une réponse donnée par un petit nombre d'expériences au lieu de tester toutes les combinaisons possibles (Clément, 2000). Grâce à cette approche, on peut déterminer une combinaison des paramètres de conception pour que la réponse puisse être proche de la cible souhaitée (Bhartia *et al.*, 2010). L'avantage est la possibilité de traiter des variables discrètes. Sur la base de l'analyse ANOVA, on utilise un modèle de réseau orthogonal de Taguchi pour optimiser les facteurs significatifs.

5.2. Les plans de modélisation et méthodologie des surfaces de réponse

La méthodologie des surfaces de réponse (MSR) est un ensemble de techniques mathématiques et statistiques utiles pour la modélisation et l'analyse de problèmes dans lesquels une réponse d'intérêt est influencée par plusieurs variables et l'objectif est d'optimiser cette réponse (Myers et Montgomery, 1995).

La méthodologie de surface de réponse (ou MSR) est un outil introduit au début des années 1950 par Box et Wilson (1951). Le MSR est une technique de modélisation mathématique qui met en relation des variables indépendantes et dépendantes, et établit des modèles de régression qui décrivent les interrelations entre les paramètres d'entrée et les réponses de sortie (Yang *et al.*, 2007). La fonction de désirabilité est utilisée comme un indicateur du degré d'atteinte de l'objectif par le modèle, c'est-à-dire la minimisation ou la maximisation de la réponse ou la correspondance avec une réponse cible. Le niveau de désirabilité pour chaque réponse est défini manuellement, ce qui influe sur un résultat (Senaras, 2019).

Concernant les plans de surface de réponse (MRS), des stratégies spécifiques sont employées pour explorer et optimiser les réponses d'un processus. Deux plans couramment utilisés dans ce contexte sont les plans Box-Behnken (PBB) et les plans composites centrés (PCC). Les deux sont des exemples de plans du second degré et servent à construire des modèles de réponse pour l'optimisation. Cependant, ils diffèrent dans leurs caractéristiques et leurs exigences. Le plan PBB, par exemple, s'est révélé être une alternative économiquement

attrayante par rapport au plan PCC en raison de la structure des niveaux de facteurs. Le PCC nécessite un nombre plus élevé de niveaux de facteurs, ce qui peut augmenter la complexité expérimentale. En revanche, le PBB offre un compromis entre la précision de modélisation et la facilité de mise en œuvre en utilisant moins de niveaux de facteurs. Cette distinction doit soigneusement être considérée lors du choix d'un plan de surface de réponse, en fonction des ressources disponibles et des objectifs d'optimisation visés.

5.2.1. Plan composite centré

Le plan composite centré (PCC) est une méthode efficace pour construire un modèle du second ordre. Il s'agit d'un plan de premier ordre ($2N$) auquel on ajoute des points centraux et axiaux supplémentaires pour permettre l'estimation des paramètres d'accord d'un modèle de second ordre (**Montgomery, 1997**). La figure 4 présente un exemple de PCC pour 3 variables de conception.

En utilisant un PCC, on peut obtenir des informations précieuses sur la réponse du système pour un nombre limité d'expériences. Le plan est conçu pour minimiser le nombre d'expériences nécessaires pour estimer les paramètres du modèle, tout en maintenant un niveau élevé de précision dans les prévisions.

Le plan composite central a été décrit par **Box et Wilson (1951)**. La matrice est en réalité la réunion de 3 séries de points (**Vivier, 2002**) :

- Les expériences d'un plan factoriel complet ou fractionnaire à 2 niveaux par facteur,
- Les expériences axiales placées sur les axes propres au plan,
- Les expériences au point central.

Le nombre d'expériences pour un plan composite central est : $n = 2^k + 2k + c_0$, où k est le nombre de facteurs et c_0 est le nombre de points centraux (**Ferreira et al., 2007**). Elle implique $2N$ points factoriels, $2N$ points axiaux et un point central. Habituellement, les points axiaux et/ou centraux sont répliqués. Les points axiaux sont placés à la distance α du centre de conception, ainsi un plan composite centré utilise cinq niveaux de paramètres : $+\alpha, +1, 0, 1, \alpha$. La valeur de α est habituellement choisie pour rendre la conception orthogonale ou rotative.

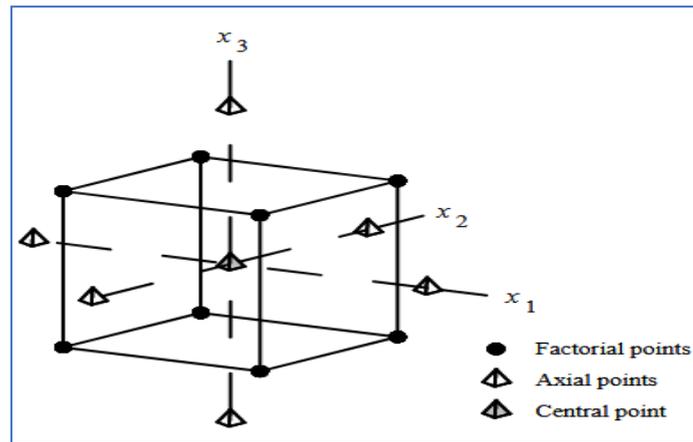


Figure 4. Plan composite central à $2N$ points factoriels, $2N$ points axiaux et 1 point central (Polowczyk, 2017).

Le processus d'optimisation d'un plan composite central (PCC) comporte trois étapes principales (Heidari *et al.*, 2017) :

- Réalisation d'expériences conçues,
- Proposition d'un modèle statistique en utilisant une technique d'analyse de régression,
- Prédiction des variables de réponse de l'expérience et, par conséquent, vérification du modèle à l'aide d'un test de confirmation.

5.2.2. Conception Box-Behnken

La conception Box-Behnken ou PBB (en anglais, *Box-Behnken design* ou BBD) a été développée par Box et Behnken (Box et Behnken, 1960). Il comporte trois niveaux et peut être appliqué à des questions comportant trois facteurs ou plus. Ce plan nécessite $2k(k-1) + C_p$, où k est le nombre de facteurs et C_p est le nombre de points centraux. La complexité de ce plan est illustrée dans (Figure 5).

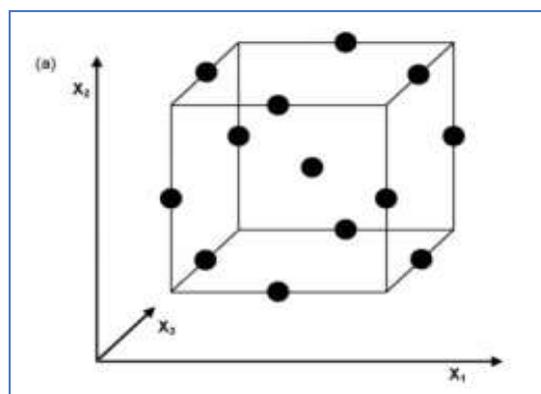


Figure 5. Plan Box-Behnken pour trois facteurs (Ferreira *et al.*, 2007).

Dans ce cas d'étude, trois niveaux d'expériences peuvent être utilisés : bas (-1), moyen (0) et haut (+1). Le plan d'expérimental PBB s'utilise pour déterminer la meilleure condition (concentration, température, temps) (Ferreira *et al.*, 2007).

6. Signification des effets et validation du modèle

6.1. Modélisation mathématique

En général, la modélisation statistique pour développer un modèle d'approximation approprié entre la réponse y et les variables indépendantes x_1, x_2, \dots, x_k est la suivante (Carley *et al.*, 2004) :

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_k) + \varepsilon$$

Un modèle général de second ordre est défini comme suit :

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^n (a_i x_i) + \sum_{i=1}^n (a_{ii} x_i^2) + \sum_{i=1}^n \sum_{j=i+1}^n (a_{ij} x_i x_j)$$

6.2. Analyse d'un plan de surface

6.2.1. Analyse de variance

L'analyse de la variance (ou ANOVA) est un outil statistique utilisé pour détecter les différences entre les moyennes des groupes expérimentaux. L'ANOVA est justifiée dans les plans expérimentaux comportant une variable dépendante qui est une mesure numérique paramétrique continue, et des groupes expérimentaux multiples au sein d'une ou plusieurs variables indépendantes (catégoriques). Dans la terminologie de l'ANOVA, les variables indépendantes sont appelées facteurs, et les groupes au sein de chaque facteur sont appelés niveaux (Sawyer, 2010).

Pour mieux comprendre les différentes mesures et concepts liés à l'analyse de données, il est important de connaître les éléments clés associés aux modèles statistiques :

a. Valeur P : la p -value est calculée à partir de la distribution d'échantillonnage F nulle, avec des degrés de liberté correspondants. Mais, ce n'est que si nous croyons que les hypothèses du modèle sont (approximativement) correctes que nous devons croire que la valeur p a été calculée à partir de la bonne distribution d'échantillonnage, et qu'elle est alors valide (Dale, 2009).

b. Le coefficient de détermination multiple R^2 : le R^2 est défini comme le rapport entre la variation expliquée et la variation totale et constitue une mesure du degré d'ajustement (Pacella and Semeraro, 2014). Le R^2 est une mesure de la réduction de la variabilité de y obtenue, en utilisant les variables régressées k : x_1, x_2, \dots, x_k dans le modèle (Carley et al., 2004). Un R^2 très faible indique que le modèle sélectionné pour la conception expérimentale ne prédit pas avec précision les données expérimentales et, par conséquent, les données expérimentales doivent être vérifiées pour être conformes à l'hypothèse de l'ANOVA (Olawoye, 2016). Le coefficient de détermination multiple R^2 est défini comme suit (Carley et al., 2004) :

$$R^2 = 1 - \frac{SSe}{sst}$$

Où, SSe représente la Somme des carrés des erreurs et sst représente la Somme totale des carrés, qui mesure la variation totale des valeurs observées par rapport à leur moyenne.

c. R^2 ajusté : le R^2 ajusté donne « la fraction de la variation expliquée par les changements dans le facteur », lorsqu'on analyse des données collectées à l'aide de la boîte optimale EIMSE (expected integrated mean squared error) ou du plan composite central, on s'attend à une valeur de R au carré ajustée supérieure à 0,50 ou 50%. Sinon, on peut craindre que certaines ou toutes les réponses manquent de fiabilité et/ou que les facteurs les plus importants soient inconnus et non contrôlés pendant les essais (Allen, 2010).

d. Valeur F : la valeur du test F de Fisher explique la distribution des données réelles autour du modèle ajusté (Jaiswal et al., 2011). La valeur F compare le carré moyen avec le carré moyen résiduel (Suliman, 2017).

e. Somme des carrés des erreurs de prédiction (PRESS) : la somme des carrés des erreurs de prédiction se calcule par la formule suivante :

$$PRESS = \sum_{i=1}^n (e \div (1 - h_{ii}))^2$$

À partir de l'équation précédente, nous pouvons noter que le résidu PRESS est simplement le résidu ordinaire pondéré en fonction des éléments diagonaux de la matrice h_{ii} . En général, une grande différence entre le résidu ordinaire et le résidu PRESS indique un point où le modèle s'adapte bien aux données, mais un modèle construit sans ce point prédit mal (Carley et al., 2004).

f. **R prédit** : la prédiction R se calcule à partir de la prédiction de la somme des carrés de l'erreur résiduelle (PRESS) (Lessouad, 2017).

g. **Manque d'ajustement (LOF) (Lack of Fit) ou défaut d'ajustement** : le test de manque d'ajustement compare la variation autour du modèle avec la variation pure au sein des observations répliquées. Ce test mesure l'adéquation des différents modèles basés sur l'analyse de surface de réponse (Pishgar-Komleh, 2012).

6.2.2. Analyse graphique des résultats

a. **Diagramme de Pareto** : Les plans de criblage sont souvent utilisés dans la première étape des plans d'expérience (PEX), afin de sélectionner les facteurs d'entrée les plus importants et d'écartier les facteurs insignifiants. Les diagrammes de Pareto sont des outils utiles pour atteindre cet objectif car ils permettent de classer les facteurs d'entrée (et leurs interactions) par ordre d'importance (Fukuda et al., 2018). Le diagramme de Pareto (Figure 6) permet de détecter les effets des facteurs et des interactions qui sont les plus importants pour l'étude d'optimisation du processus ou de la conception que l'on doit traiter. Il affiche les valeurs absolues des effets et trace une ligne de référence sur le graphique. Tout effet qui s'étend au-delà de cette ligne de référence est potentiellement important (Antony, 2004).

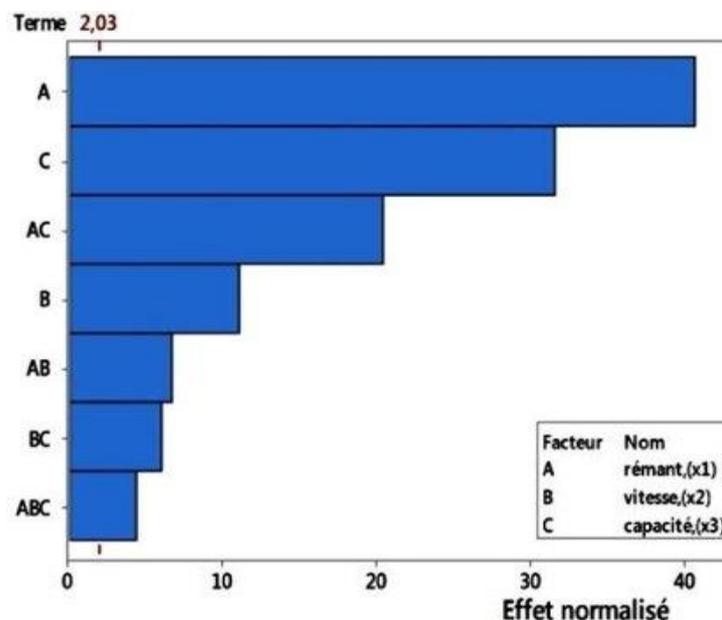


Figure 6. Diagramme de Pareto des effets (Yembi et Moukengue Imano, 2016).

b. **Tracé de la normale** : le graphique de probabilité normale permet d'évaluer si les « résidus » adhèrent à une distribution normale (Figure 7). Dans l'idéal, les points

devraient suivre une ligne droite, indiquant une dispersion modérée, même en présence de données normalement distribuées. Cette approche cherche particulièrement à repérer des modèles spécifiques, tels qu'une courbe en forme de « S », pouvant signaler la nécessité d'une transformation de la réponse pour obtenir une analyse plus précise (Olawoye, 2016).

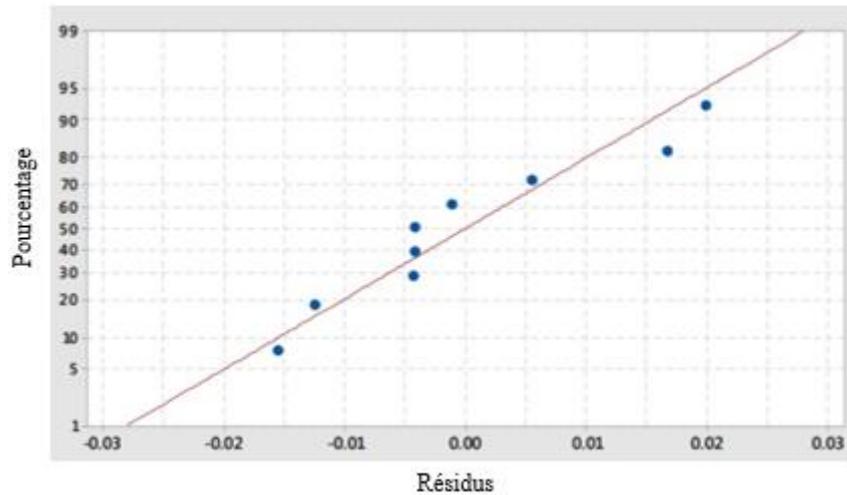


Figure 7. Le graphique de probabilité normale (Dar et Anuradha, 2017).

- c. **Histogramme des résidus** : pour détecter les pics multiples, les valeurs aberrantes et la non-normalité, l'histogramme (Figure 8) doit approximativement être symétrique et en forme de cloche (minitab INc, 2004).

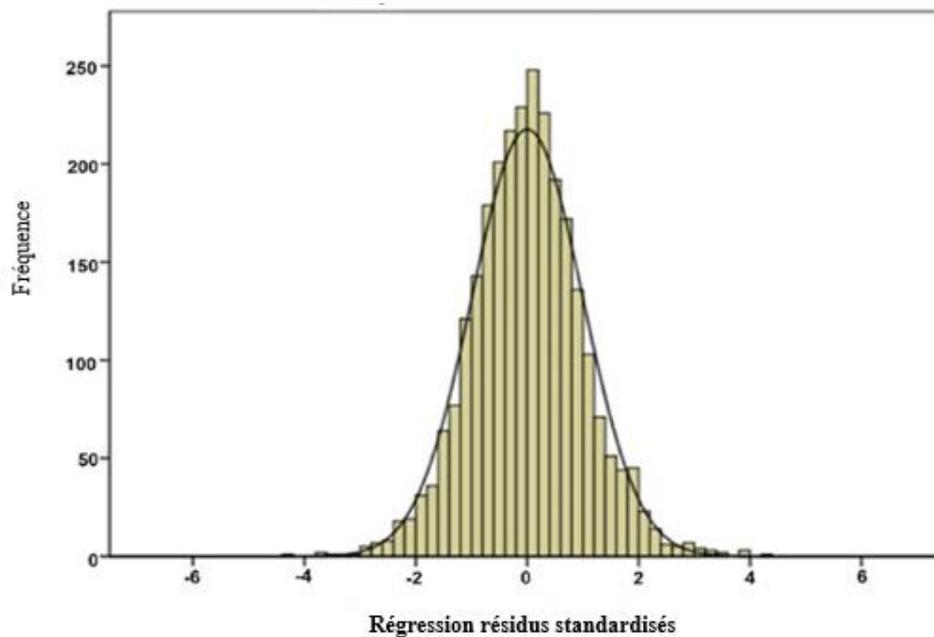


Figure 1. Histogramme des résidus (Fang, 2019).

- d. **Résidus par rapport aux valeurs ajustées** : nécessaire pour détecter une variance non constante, des termes d'ordre supérieur manquants et des valeurs aberrantes. Les résidus doivent être dispersés aléatoirement autour de zéro (**Figure 9**) (minitab INC, 2004).

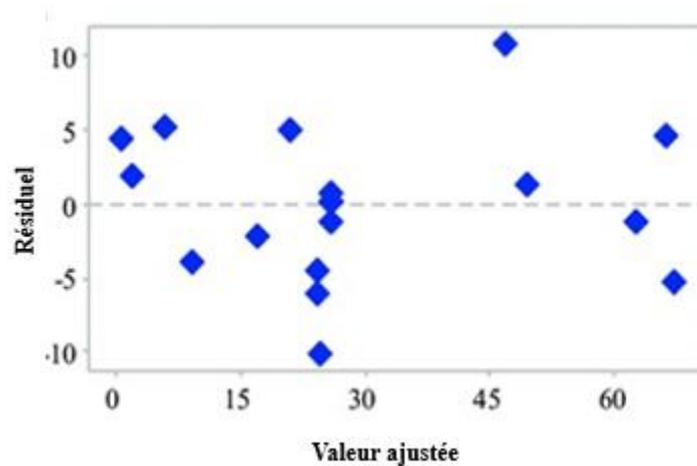


Figure 9. Les résidus du modèle RSM par rapport aux valeurs ajustées (Alman-Abad et al., 2020).

- e. **Résidus en fonction de l'ordre** : utiles pour détecter la dépendance temporelle des résidus, les résidus doivent ne doivent pas présenter de modèle clair (**Figure 10**) (minitab INC, 2004).

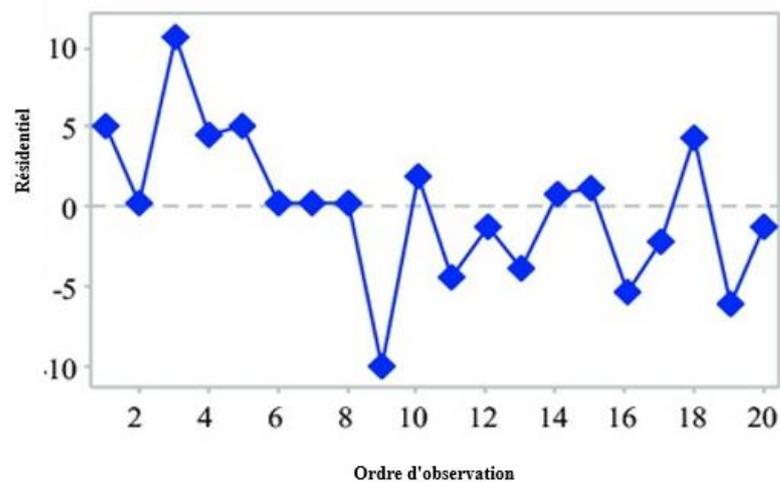


Figure 10. Les résidus du modèle MRS par rapport aux valeurs ajustées (Alman-Abad et al., 2020).

- f. **Tracé de l'optimiseur de réponse** : un graphique d'optimisation de la réponse est utile pour déterminer les conditions de fonctionnement qui permettront d'obtenir une réponse souhaitable (**Figure 11**) (Jaiswal et al., 2011).

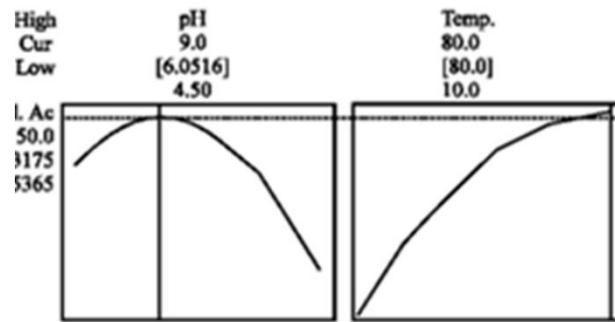


Figure 11. Diagramme d'optimisation pour déterminer les conditions de réaction optimales (Jaiswal et al., 2011).

- g. **Tracé de surface** : le tracé de surface de réponse 3D est une représentation graphique de l'équation de régression (Figure 12). Il est tracé pour comprendre l'interaction des variables et localiser le niveau optimal de chaque variable pour une réponse maximale (Lima et al., 2010). Les diagrammes de surface de réponse, tels que les diagrammes de contour et de surface, sont utiles pour établir les valeurs de réponse et les conditions de fonctionnement souhaitables. Dans un tracé de contour, la surface de réponse est vue comme un plan bidimensionnel où tous les points qui ont la même réponse sont reliés pour produire des lignes de contour de réponses constantes. Un tracé de surface affiche généralement une vue tridimensionnelle qui peut fournir une image plus claire de la réponse (Antony, 2004).

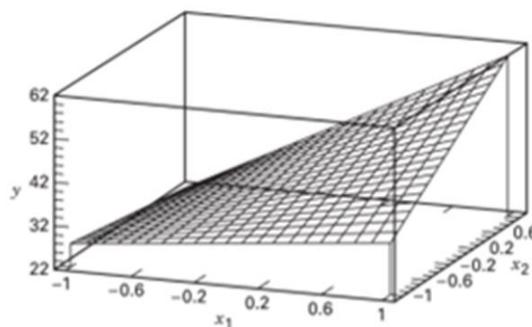


Figure 2. Surface de réponse (Guerrah, 2018).

- h. **Tracé de contours** : un tracé de contour est un tracé en 2D (Figure 13), d'une surface tridimensionnelle où la surface correspondante croise des plans à élévation constante. Cela signifie qu'il n'y a qu'une seule valeur z pour chaque paire x et y sur le tracé de contour de l'influence des variables et de leurs interactions sur la réponse par rapport au tracé de surface 3D.

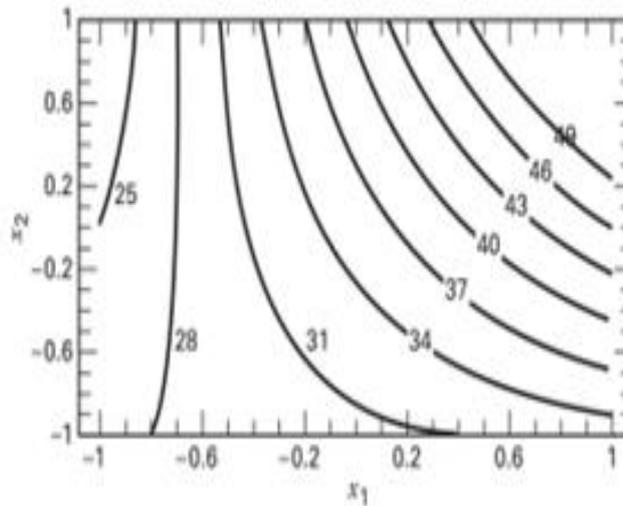


Figure 3. Un tracé de contour (Guerrah ,2018).

6.3. Validation expérimentale du modèle

La validation des résultats consiste à vérifier si les hypothèses retenues au départ du plan d'expériences sont bien vérifiées. La validation consiste à réaliser des essais complémentaires en dehors des essais du plan d'expériences pour valider le modèle de comportement obtenu par le plan d'expériences. L'objectif de l'essai de confirmation est de vérifier que les résultats optimaux sont conformes à la prévision du modèle. En cas d'écart, il faut rechercher les causes possibles, à savoir (Pillet, 2011) :

- erreur de calcul dans le modèle,
- erreur dans la conduite des expériences,
- facteur influent non considéré dans le plan,
- interaction forte non retenue dans le plan.

Partie

expérimentale

Partie I

Optimisation de l'extraction de la gélatine

Introduction

Outre la matière première, plusieurs facteurs influencent le rendement et la qualité de la gélatine extraite, notamment la température, le temps et le pH (**Boran et Regenstein, 2010**). Il est donc important d'optimiser les conditions d'extraction pour obtenir les meilleurs résultats. L'objectif de cette section est d'optimiser les conditions d'extraction de la gélatine à partir d'un mélange de têtes et de pattes de poulet en identifiant les conditions idéales pour trois facteurs clés : la température, le temps d'extraction et la concentration en acide acétique. L'objectif de cette partie est de prédire les valeurs de rendement, de pouvoir moussant et émulsifiant, ainsi que de viscosité, qui sont des paramètres technologiques de la gélatine. En outre, cette section vise à évaluer les effets de ces conditions d'extraction sur différents paramètres physico-chimiques tels que le pH, la teneur en protéines, l'humidité, les lipides et la teneur en minéraux.

1. Matière première

Des têtes et des pattes de poulet frais de la souche *Arbor Acres* ont été collectées au niveau de l'abattoir de Bouguirat du Groupe Avicole Ouest Algérien – Mostaganem (GAO-ORAVIO), une industrie locale d'abattage et de transformation de la viande dans l'ouest de l'Algérie. Les échantillons transférés au laboratoire ont été nettoyés (désarésés, plumés, etc.) et lavés à l'eau du robinet. Ensuite, les échantillons de têtes et de pattes ont été coupés en petits morceaux d'environ 5 cm et stockés dans des sacs en plastique à -20 °C en quantités égales (50 g de têtes + 50 g de pattes) jusqu'à l'extraction de la gélatine.

2. Composition proximale de la matière première

La matière première a été analysée pour sa teneur en humidité, en cendres, en protéines brutes et en matières grasses brutes selon les méthodes décrites par l'Association of Official Analytical Chemists (**AOAC, 1995**). La teneur en protéines brutes a été calculée à partir de la teneur en azote déterminée en la multipliant par un facteur de 6,25.

3. Optimisation de l'extraction de la gélatine (mélange têtes –pattes de poulet) – plan Taguchi et méthodologie de la surface de réponse

3.1 Modélisation et optimisation de l'extraction de la gélatine

L'optimisation de l'expérience a été réalisée à l'aide de la méthode de surface de réponse (MSR). La méthode Taguchi a été adoptée dans le présent travail pour optimiser les conditions d'extraction de la gélatine du mélange de sous-produits de têtes et de pattes. Trois variables indépendantes (X_n) : la température d'extraction (°C), le temps d'extraction (h) et la

concentration en acide acétique (%) ont été sélectionnées avec trois niveaux (**Tableau 3**). Une matrice orthogonale L27 (3^3) présentait 27 séries expérimentales. Quatre paramètres dépendants (Y), à savoir le rendement (%), la viscosité (mPa.s), le pouvoir émulsifiant (m^2/g) et le pouvoir moussant (%) ont été mesurés après chaque extraction. Un modèle de régression a été établi en utilisant un modèle de second ordre pour chaque réponse, comme décrit dans l'équation suivante :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i X_i + \sum_{\substack{i=1 \\ i \neq j}}^k a_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^k a_{ii} X_i^2 + \varepsilon$$

Où, a_0 , a_i , a_{ii} et a_{ij} sont les termes constants, les coefficients des termes linéaires, quadratiques et interactifs, respectivement X_i et X_j indiquent les variables indépendantes et ε correspondant à l'erreur statistique expérimentale. Le k désigne le nombre de variables (dans ce cas, k=3). Enfin, Y représente les réponses étudiées.

Tableau 1. Paramètres indépendants et leurs niveaux correspondants.

Paramètres indépendants	Symbole	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Température (°C)	X1	55	65	75
Temps (h)	X2	2	4	6
Concentration en acide acétique (%)	X3	2	3,5	5

Les modèles de régression ont été générés par le logiciel Design-Expert 10. La qualité de l'ajustement du modèle polynomial a été évaluée par le coefficient de détermination R^2 . Les conditions optimisées ont été validées pour les valeurs maximales de rendement, de viscosité, de moussage et du pouvoir émulsifiant en utilisant le MSR.

3.2. Extraction de la gélatine

L'extraction de la gélatine à partir du mélange têtes-pattes de poulet a été réalisée selon la méthode de **Chakka et al. (2017)** qui a été légèrement modifiée. Pour éliminer les matériaux non collagéniques, 100 g d'échantillon de mélange têtes-pattes décongelées ont été trempés dans une solution de NaOH 0,5 M à un ratio de 1 :10 (p/v) pendant 18 h sous agitation à température ambiante. Les échantillons ont été ensuite filtrés et lavés plusieurs fois avec de

l'eau distillée pour neutraliser le pH. Après filtration, le résidu a été traité avec de l'acide acétique à différentes concentrations : 2, 3,5 et 5 %. Après 18 h de traitement à l'acide acétique sous agitation constante à + 4 °C, les échantillons ont été filtrés sous vide et l'extraction de la gélatine a été réalisée dans de l'eau chaude à différentes températures 55, 65, et 75° C pendant 2, 4, ou 6 h. L'extrait a ensuite été agité avec du charbon actif (4 g) pendant 20 min (Saenmuang, et al., 2020) pour éliminer les odeurs et les impuretés. Enfin, l'extrait a été filtré et versé dans des boîtes de Pétri et séché à l'étuve (45° C) pendant 48 h. Les feuilles de gélatine ont ensuite été réduites en poudre à l'aide du broyeur électrique. Le rendement de chaque extraction a été déterminé à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = (\text{poids sec de la gélatine/poids de la matière première}) \times 100$$

3.3. Propriétés techno-fonctionnelles

3.3.1. Viscosité dynamique

La viscosité dynamique des solutions de gélatine a été déterminée selon la procédure officielle du Gelatin Manufacturers Institute of America (Gmia, 2019) en utilisant un viscosimètre (HAAKE Falling Ball Viscometer Type C, Thermo Fisher Scientific, Allemagne). Une solution de gélatine (6,67 %, p/v) a été versée dans le tube du viscosimètre maintenu à une température constante (60° C), puis une bille de diamètre connu a été déposée sur le dessus de la solution de gélatine. Le temps de chute de la bille passant de l'anneau A à l'anneau B a été déterminé à l'aide d'un chronomètre. La viscosité dynamique de chaque solution de gélatine a été calculée comme suit :

$$\eta = k(d1 - d2) \cdot t$$

η : viscosité (mPa.s),

k : Constante de Ball (mPa.s.cm³/g. s),

d1 : densité de la boule en g/cm³,

d2 : densité de la solution de gélatine (6,67 %) à 60 °C (d2= 1,003 g/cm³),

t : temps (secondes).

3.3.2. Pouvoir émulsifiant (PE)

Le pouvoir émulsifiant (PE) a été déterminée selon la procédure décrite par Pearce et Kinsella (2002). Dix millilitres d'huile de tournesol ont été homogénéisés avec 30 ml de

solution de gélatine à 1 % pendant 1 min. Après homogénéisation, des aliquotes de 50 µl de chaque émulsion ont été ajoutés à 5 ml d'une solution de SDS à 0,1 %. L'absorbance a été mesurée à 500 nm après avoir vortexé le mélange vigoureusement. La formule suivante a été utilisée pour calculer le pouvoir émulsifiant :

$$PE (m2/g) = \frac{2 \times 2,303 \times A \times 100}{0,01 \times 0,25 \times C}$$

Où, A_0 est l'absorbance d'émulsification à 0 min, et C est le poids de la gélatine par unité de volume (g/m^3).

3.3.3. Pouvoir moussant

La propriété moussante (PM) a été déterminée par la méthode de **Sathe et Salunkhe (1981)**. Vingt millilitres d'une solution de gélatine à 1 % ont été homogénéisés à température ambiante pendant 2 min à l'aide d'un homogénéisateur (Wise Tis® HG-15A). L'échantillon fouetté a été immédiatement transféré dans un cylindre gradué de 100 ml, et le volume V_t a été noté. Le pouvoir moussant a été calculée à l'aide de la formule suivante :

$$PM(\%) = ((V_t - V_0) \times 100)/V_0$$

Où, V_t est le volume total de la solution homogénéisée après 10 min de repos à température ambiante, et V_0 est le volume initial de la solution de gélatine.

3.4. Propriétés physico-chimiques de la gélatine

3.4.1. Détermination du pH

Une solution de gélatine (1 %) préparée dans de l'eau distillée a été chauffée à 45° C pendant 5 min pour dissoudre la gélatine. Après refroidissement à température ambiante, le pH a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre AD1200 (ADWA INSTRUMENTS, Hongrie) (**Gmia, 2019**).

3.4.2. Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau ou l'humidité a été déterminée selon l'AOAC (2000). Environ 5 g de gélatine ont été pesés et placés dans un four de séchage réglé à 105 ± 2 °C pendant 16 à 18 h. Une fois refroidi dans un dessiccateur, le pot est pesé avec précision. Enfin, le pourcentage de perte d'humidité est calculé en utilisant la formule suivante :

$$\text{Humidite}(\%) = \left[\frac{m1 - m2}{m0} \right] \times 100\%$$

m_0 = poids en grammes de l'échantillon.

m_1 = poids en grammes de l'échantillon et du creuset avant le séchage.

m_2 = poids en grammes de l'échantillon et du creuset après le séchage.

3.4.3. Détermination de la teneur en cendres

La méthode pour déterminer la teneur en cendres (résidu à l'incinération) de la gélatine consiste à prendre environ 5 g de l'échantillon et l'incinérer dans une coupelle à 550 °C dans un four à moufle (AOAC, 2000). L'incinération doit se faire pendant 8 h. Une fois refroidi dans un dessiccateur, l'échantillon est pesé et le pourcentage de résidus est calculé. Le résultat est exprimé en pourcentage en poids de l'échantillon d'origine. La teneur en cendres, exprimée en % de cendres, est égale à :

$$\text{Cendre}(\%) = \frac{[\text{poids de cendres}]}{[\text{poids de l'échantillon}]} \times 100\%$$

3.4.4. Détermination des lipides

Les graisses brutes ont été déterminées par gravimétrie après extraction au Soxhlet, à partir d'échantillons séchés en utilisant l'éther de pétrole (AOAC, 2000).

Teneur en matière grasse brute (%)

$$= \frac{[\text{Masse de la matière grasse extraite (g)}]}{[\text{Masse de l'échantillon initial (g)}]} \times 100\%$$

3.4.5. Détermination des protéines

La teneur en protéines a été évaluée à l'aide de la méthode Kjeldahl, qui permet de quantifier la présence d'ammonium dans la solution. Pour ce faire, l'échantillon a été soigneusement pesé (0,5 g) et placé dans le tube de digestion de l'appareil. Deux comprimés de catalyseur Kjeltabs, à base de Cu, ont été ajoutés à l'échantillon. Ensuite, 12 ml d'acide sulfurique concentré ont été introduits et agités doucement pour humidifier l'échantillon dans le tube. Le tube a été connecté au dispositif de digestion (2006 Digester, FOSS, Suède, 1998) et le processus a été suspendu jusqu'à ce que la vapeur d'acide ne soit visible qu'au sommet du système d'échappement. La digestion s'est poursuivie jusqu'à ce qu'une solution de couleur verte ou bleu clair se forme, puis le tube a été refroidi verticalement pendant 10 à 20 minutes.

Ensuite, avec précaution, 75 ml de distillat ont été ajoutés dans le tube refroidi et le processus de distillation a été continué. La solution réceptrice a été préparée en combinant 25 ml d'acide borique à 4 % et 10 gouttes de bromocrésol vert dans un flacon conique de 250 ml. Cette solution réceptrice a ensuite été placée dans l'unité de distillation (2100 Kjeltée distillation, unité FOSS, 2002).

La distillation a été effectuée en collectant 50 ml de distillat sur une durée de 4 minutes, jusqu'à l'obtention d'une solution de couleur vert clair. Ensuite, cette solution a été titrée avec une solution standard d'acide chlorhydrique (0,1 N) jusqu'à ce que la couleur de la solution devienne bleue ou grise, et le volume de l'acide nécessaire a été enregistré. Les valeurs ainsi obtenues ont été utilisées pour calculer les équations suivantes :

$$\text{pourcentage d'azote}(\%) = \frac{(T - B) \times N \times 14.007 \times 100}{\text{poids d'échantillon}(mg)}$$

N : Pourcentage d'azote dans l'échantillon.

T : Total des atomes de carbone, d'hydrogène et d'azote dans l'échantillon.

B : Total des atomes de carbone et d'hydrogène dans l'échantillon.

N : Nombre d'atomes d'azote dans l'échantillon.

P : Poids de l'échantillon en milligrammes (mg).

Le contenu en protéines brutes a été calculé en multipliant la teneur en azote déterminée par un facteur de 5,55 (**Jones, 1931**).

4. Analyse statistique

L'analyse statistique des données a été effectuée en utilisant le logiciel Minitab 2018. Les résultats ont été présentés sous forme de moyenne \pm écart-type, basés sur des essais en triplicata. La validité statistique du modèle polynomial quadratique a été évaluée au moyen d'une analyse de variance (ANOVA). Pour examiner les effets des variables de réponse prédites par le modèle, une analyse de variance (ANOVA) a été réalisée avec un niveau de confiance de 95 %. Cette analyse visait à évaluer l'influence de chaque « sortie » (température, temps, concentration) sur les paramètres dépendants. Les conditions optimales d'extraction, permettant d'obtenir les valeurs maximales des quatre réponses, ont été déterminées grâce à l'approche de la fonction de désirabilité intégrée au logiciel Design-Expert 10, comme cité dans la section des résultats.

Les données issues de l'analyse physicochimique ont été soumises à une analyse de variance à un facteur (ANOVA à un facteur) pour évaluer les différences statistiques. Le niveau de significativité a été fixé à une valeur de $p \leq 0,05$.

5. Résultats et discussions

5.1. Composition chimique de la matière première

Le mélange de sous-produits de poulet a enregistré une humidité en moyenne égale à $66,29 \pm 0,28$ %. La teneur en cendres du mélange de matières premières ($5,17 \pm 0,58$ %) était légèrement supérieure à celle rapportée par **Du et al. (2013)** pour les têtes de poulet (4,64 %). La teneur en protéines ($21,55 \pm 0,5$ %) était beaucoup plus faible que celle trouvée par **Araújo et al. (2018)** dans les pattes de poulet (77,59 %), probablement parce que la teneur en protéines dans son étude a été rapportée sur la base de la matière sèche. Cependant, la teneur en protéines dans l'étude de **Widyasari et Rawdkuen (2014)** sur les pattes de poulets a atteint 18,69 %, ce qui était inférieur à celui rapporté dans la présente étude. La teneur en matières grasses a atteint une valeur élevée de $13,37 \pm 0,4$ %. Il semble que le mélange des deux sous-produits têtes-pattes ait entraîné une hausse de certains composants chimiques qui influenceraient le rendement d'extraction de la gélatine et probablement sa composition.

5.2. Ajustement du modèle

Le Tableau 4 présente la conception expérimentale et les valeurs moyennes des différentes réponses, à savoir : le rendement en gélatine (Y1), la viscosité (Y2), le pouvoir émulsifiant (Y3) et moussant (Y4).

L'optimisation du processus d'extraction a été réalisée en appliquant des équations polynomiales du second ordre établies sur des paramètres de processus prédéfinis. Tous les coefficients des modèles linéaires (X_1 ; X_2 ; X_3), quadratiques (X_1^2 ; X_2^2 ; X_3^2) et des interactions (X_1X_2 ; X_1X_3 ; X_2X_3) ont été calculés pour leur signification. Le Tableau 5 montre les coefficients des modèles de régression de Y1, Y2, Y3 et Y4 et leurs coefficients de détermination spécifiés (R^2). Les coefficients de détermination (R^2) pour le rendement, la viscosité, le pouvoir émulsifiant et moussant étaient respectivement de 90,13, 98,63, 98,78 et 91,62 %. Selon **Guan et Yao (2008)**, un bon ajustement nécessite un R^2 de 80 %, ce qui est compatible avec notre coefficient de détermination R^2 .

Tableau 2. Plan d'expérience Taguchi et valeurs moyennes des différentes réponses.

N	X1	X2	X3	Y1	Y2	Y3	Y4
1	55	2	2	2,23	4,88	30,41	26,00
2	55	2	3,50	2,99	3,89	26,16	41,00
3	55	2	5	5,33	3,06	23,54	46,00
4	55	4	2	4,35	4,65	29,68	34,25
5	55	4	3,50	4,71	3,88	25,89	45,00
6	55	4	5	4,97	3,06	24,08	48,75
7	55	6	2	5,74	4,38	29,17	38,75
8	55	6	3,50	6,70	3,74	25,74	46,25
9	55	6	5	7,45	3,01	22,6	66,50
10	65	2	2	3,35	4,24	29,15	26,00
11	65	2	3,50	4,76	3,70	25,31	42,50
12	65	2	5	6,29	2,86	22,52	47,25
13	65	4	2	3,60	4,24	28,77	26,00
14	65	4	3,50	6,09	3,62	25,24	39,25
15	65	4	5	6,77	2,53	20,52	57,50
16	65	6	2	6,05	4,04	27,48	30,00
17	65	6	3,50	6,90	3,53	25,59	42,50
18	65	6	5	7,34	2,46	20,46	59,50
19	75	2	2	5,15	4,02	27,27	21,25
20	75	2	3,50	5,38	3,4	24,06	39,75
21	75	2	5	6,12	2,39	19,17	73,75
22	75	4	2	7,34	3,98	27,54	26,00
23	75	4	3,50	8,99	3,19	23,77	39,75
24	75	4	5	10,27	2,09	19,48	87,75
25	75	6	2	8,16	3,93	26,10	33,75
26	75	6	3,50	12,92	3,18	23,60	43,75
27	75	6	5	13,84	2,02	19,28	95,00

N : Essais expérimentaux, X1 = Température d'extraction (°C), X2 = Temps d'extraction (h), X3 = Concentration en acide acétique (%). Y1=Rendement (%), Y2= Viscosité (mPa.s), Y3= Pouvoir émulsifiant (m²/g), Y4= Pouvoir moussant (%).

La température (X1) a exercé un effet linéaire négatif significatif sur le rendement, la viscosité et le pouvoir émulsifiant et moussant. Le même effet négatif du temps (X2) et de la concentration en acide acétique (X3) a été constaté sur les réponses Y, mis à part la viscosité où la concentration en acide acétique a exercé un effet positif. L'effet quadratique de X1 a produit un effet positif significatif uniquement sur le rendement et le pouvoir moussant, tandis que X2² a exercé un effet fortement négatif sur la viscosité. L'effet d'interaction de X1*X2 (température*temps) s'est avéré significatif uniquement sur le rendement et X1*X3 (température*concentration d'acide acétique) était très fortement significatif uniquement pour le pouvoir moussant (**Tableau 5**).

Tableau 3. Coefficient de régression (a), coefficient de détermination (R^2) et valeurs du test F du modèle de régression.

Régression coefficient (a)				
	Rendement	Viscosité	Pouvoir émulsifiant	Pouvoir moussant
Intercepter				
X₀	49,50	7,25	39,73	405
Terme linéaire				
X₁	-1,51 ^{***}	-0,04 ^{***}	-0,06 ^{***}	-9,92 [*]
X²	-1,93 ^{***}	-0,09 ^{***}	-0,64 ^{***}	-0,86 ^{***}
X³	-0,07 ^{***}	0,105 ^{***}	-1,26 ^{***}	-46,40 ^{***}
Terme quadratique				
X₁²	+0,01 [*]	0,00	-0,00	0,00 [*]
X₂²	+0,03	0,00	0,01	0,15
X₃²	-0,01	-0,06 ^{***}	-0,00	2,09
Terme interaction				
X₁*X₂	+0,03 [*]	0,00	0,00	-0,03
X₁*X₃	+0,02	0,00	-0,01	-0,62 ^{***}
X₂*X₃	+0,04	0,00	-0,01	0,68
R²	90,13	98,63	98,78	91,62
Valeur F (modèle)	169,81	14,94	266,22	7910,71
Erreur	18,58	0,20	6,40	723,52

Y1=Rendement (%), Y2= Viscosité (mPa.s), Y3= Pouvoir émulsifiant (m²/g), Y4= Pouvoir moussant (%). Niveau de signification* p < 0,05 ; ** p < 0,01 ; *** p < 0,001. X1 = Température d'extraction (°C), X2 = Temps d'extraction (h), X3 = Concentration d'acide acétique (%).

La Figure 14 illustre le résultat de l'ANOVA en termes de contribution en pourcentage de tous les facteurs du processus pour chaque réponse étudiée. La contribution en pourcentage de la température et du temps est plus dominante pour la réponse du rendement, tandis que pour les autres réponses, la contribution en pourcentage de la variable de concentration d'acide acétique est plus significative.

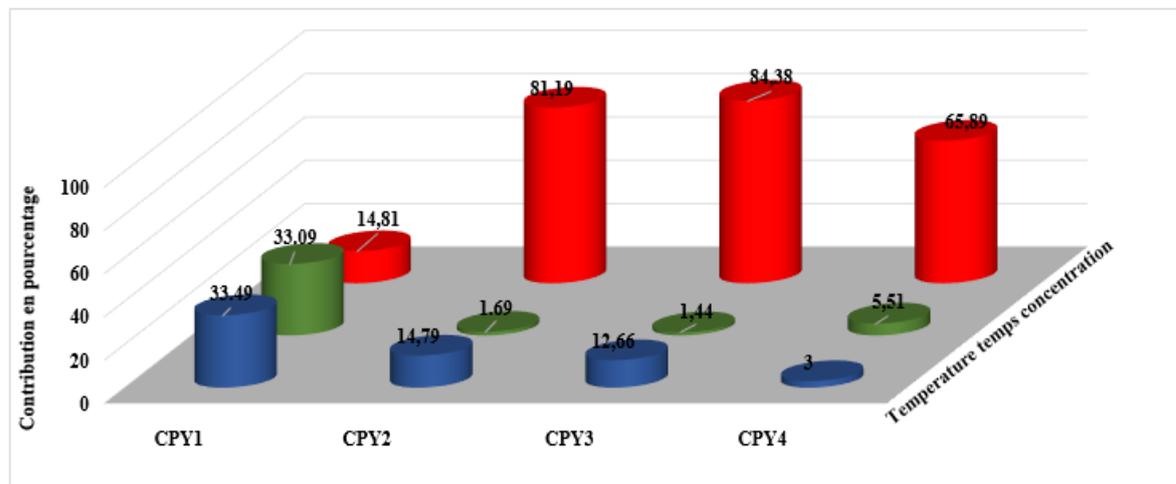


Figure 4. Contribution en pourcentage (CP) des paramètres sélectionnés sur les réponses étudiées (Y1=Rendement (%), Y2= Viscosité (mPa.s), Y3= Pouvoir émulsifiant (m²/g), Y4= Pouvoir moussant).

5.3. Effet des variables d'extraction sur les réponses

Pour comprendre l'interrelation entre les réponses étudiées et les paramètres sélectionnés, un outil graphique utile, le diagramme de surface de réponse 2D à contours, a été utilisé. Cette interrelation est visualisée par la variation d'un paramètre dépendant par rapport à deux paramètres indépendants, l'autre étant constant. La Figure 15 montre les contours 2D considérés comme réponse, c'est-à-dire Y1, Y2, Y3 et Y4 en fonction de X1, X2 et X3.

Dans la présente étude, le rendement maximal de la gélatine extraite du mélange têtes-pattes (13,84 %) était supérieur à celui atteint pour la gélatine obtenue à partir de pattes de poulet (**Choe et Kim, 2018**). Le rendement élevé obtenu à partir des têtes de poulet dans l'étude menée par **Du et al. (2013)** (21 %) est dû au calcul établi sur le poids sec du collagène dans la matière première. La variation du rendement d'extraction de la gélatine entre les différentes études est principalement due à la différence des méthodes d'extraction (**Widyasari et Rawdkuen, 2015**) qui consiste à utiliser différents temps d'extraction, processus de prétraitement et étape de lavage. Le rendement d'extraction de la gélatine est également affecté par la teneur en collagène, qui dépend de la matière première.

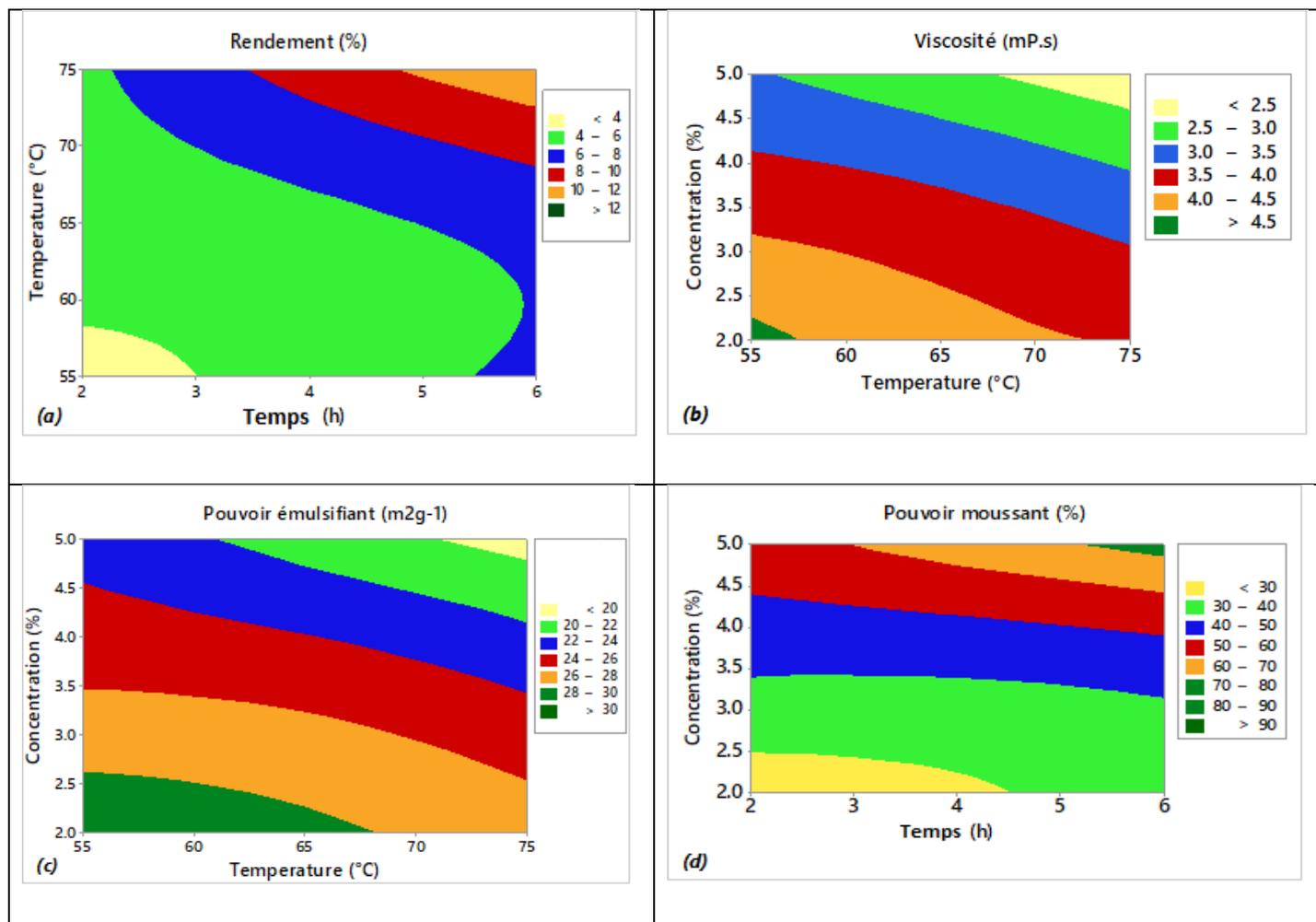


Figure 15. Courbe de réponse 2D de : a) Rendement, b) Viscosité, c) Pouvoir émulsifiante et d) Pouvoir moussant.

Selon la Figure 15a, le rendement d'extraction est positivement influencé par une température et un temps d'extraction plus élevés. Cette observation est la même que celle de **Jakhar et al. (2014) et Kim (2017)**. Des températures plus élevées utilisées pour l'extraction de la gélatine contribuent à une dénaturation efficace du collagène en détruisant les liaisons hydrogène qui stabilisent sa structure. Parallèlement, une période d'extraction prolongée favoriserait l'extraction de la gélatine, et contribuerait donc à un rendement plus élevé en gélatine (**Omar et Sarbon, 2016**).

La viscosité de la gélatine a diminué ($p < 0,05$) lorsque la valeur des paramètres prédéfinis, temps et concentration en acide acétique, a augmenté (**Figure 15b**). La viscosité de la solution de gélatine a été négativement affectée par la concentration d'acide acétique et la température d'extraction. Selon **Sompie et Triasih (2018)**, l'acide acétique brise les liaisons peptidiques entre les acides aminés en molécules à chaîne courte réduisant ainsi la viscosité. Il en est de

même pour les températures d'extraction élevées qui, comme rapporté par **Pradarameswari et al. (2018)**, induisent une altération de la configuration des acides aminés vers une conformation en chaîne ouverte engendrant ainsi un raccourcissement de celle-ci et une réduction de la viscosité de la gélatine. En outre, la viscosité est partiellement influencée par le poids moléculaire qui, à son tour, est affecté par le processus d'hydrolyse impliqué dans la rupture des chaînes peptidiques, et ainsi la récupération de la gélatine (**Sarbon et al., 2013**). Dans l'ensemble, les valeurs de viscosité dans la présente étude se situaient entre 2,02 et 4,88 mPa.s, ce qui est cohérent avec la gamme rapportée pour la viscosité de la gélatine commerciale (2,00 à 7,00 mPa.s) (**Johnston-Banks, 1990**). Il semble que la gélatine récupérée du mélange de sous-produit têtes-pattes de poulet appartienne à la catégorie des gélatines alimentaires et pharmaceutiques de haute qualité dont la viscosité est comprise de 2,00 à 7,50 mPa.s (**Mokrejš et al., 2019**). Enfin, la valeur optimale (voir ultérieurement) de la viscosité (3,36 mPa.s) était supérieure à celle trouvée pour la gélatine de pattes de poulet par **Widyasari et Rawdkuen (2014)**, mais inférieure par rapport à celle de la gélatine de têtes de poulet rapportée par **Ahmed (2017)** et **Gál et al. (2020)**.

Le pouvoir émulsifiant (PE) des différents échantillons était compris entre 19,17 et 30,41 m²/g, ce qui est supérieur à celui trouvé pour la gélatine de pattes de poulet (**Chakka et al., 2017**). La présence de zones hydrophobes sur les chaînes peptidiques de la gélatine lui permet d'émulsionner et de mousser (**Damodaran, 2006**). La concentration de l'acide utilisé dans l'extraction de la gélatine et la nature de la matière première ont eu un impact sur le pouvoir émulsifiant des gélatines extraites (**Chakka et al., 2017 ; Khiari et al., 2013**). Ainsi, nous pouvons noter que des concentrations en acide acétique et des températures d'extraction plus faibles ont permis d'obtenir un pouvoir émulsifiant plus élevé (**Figure 15c**). Ces résultats sont en accord avec ceux de **Chakka et al. (2017)** qui ont supposé que le PE de la gélatine de pattes de poulet diminuât avec l'augmentation de la concentration d'acide utilisée dans le processus d'extraction.

Pour présenter un bon pouvoir moussant, une protéine doit être capable de migrer rapidement vers l'interface air-eau, de se déplier et de se réorganiser à l'interface (**Halling, 1981**). Ce sont les zones hydrophobes qui interagissent avec la surface de l'eau (**Townsend et Nakai, 1983; Sánchez-Vioque et al., 2001**) en particulier les acides aminés l'alanine, la valine, l'isoleucine, la leucine, la proline, la méthionine, la phénylalanine et la tyrosine, dont la quantité détermine le pouvoir moussant d'une protéine (**Sarbon, Badii et Howell, 2015 ; Zilhada et Anwar, 2018**). D'autres facteurs tels que le transport, la pénétration et le réarrangement de la

molécule de protéine influencent la formation de mousse à l'interface air-eau. La Figure 15d montre que le pouvoir moussant est significativement influencé par les concentrations en acide acétique. Le pouvoir de moussant a augmenté avec la concentration d'acide acétique, ce qui était la même observation dans l'étude de **Chakka et al. (2017)**. L'augmentation de la concentration en acide acétique pourrait générer plus d'acides aminés hydrophobes qui ont contribué à augmenter le pouvoir moussant dans la présente étude. A cet effet, le temps d'extraction semble également avoir un impact positif sur le pouvoir moussant (**Figure 15 d**). Selon **Ismail et al. (2019)**, plus le temps d'extraction est long, meilleur est le pouvoir moussant de la gélatine extraite du poisson-chat argenté, ce qui est la même observation dans la présente étude où le pouvoir moussant maximal (95 %) a été obtenu avec le temps d'extraction le plus élevé (6 h).

5.4. Validation des modèles de régression basés sur le MSR

Pour évaluer la validité des modèles construits, nous devons vérifier leur bon ajustement. Par conséquent, des tracés résiduels pour les modèles Y1, Y2, Y3 et Y4 (**Figure 16 a-d**) ont été réalisés ainsi qu'une comparaison entre les valeurs réelles et les valeurs prédites. Il a été possible de constater une correspondance étroite entre les valeurs réelles et prédites. Ainsi, nous pouvons souligner que les modèles dérivés dans cette étude étaient parfaitement ajustés.

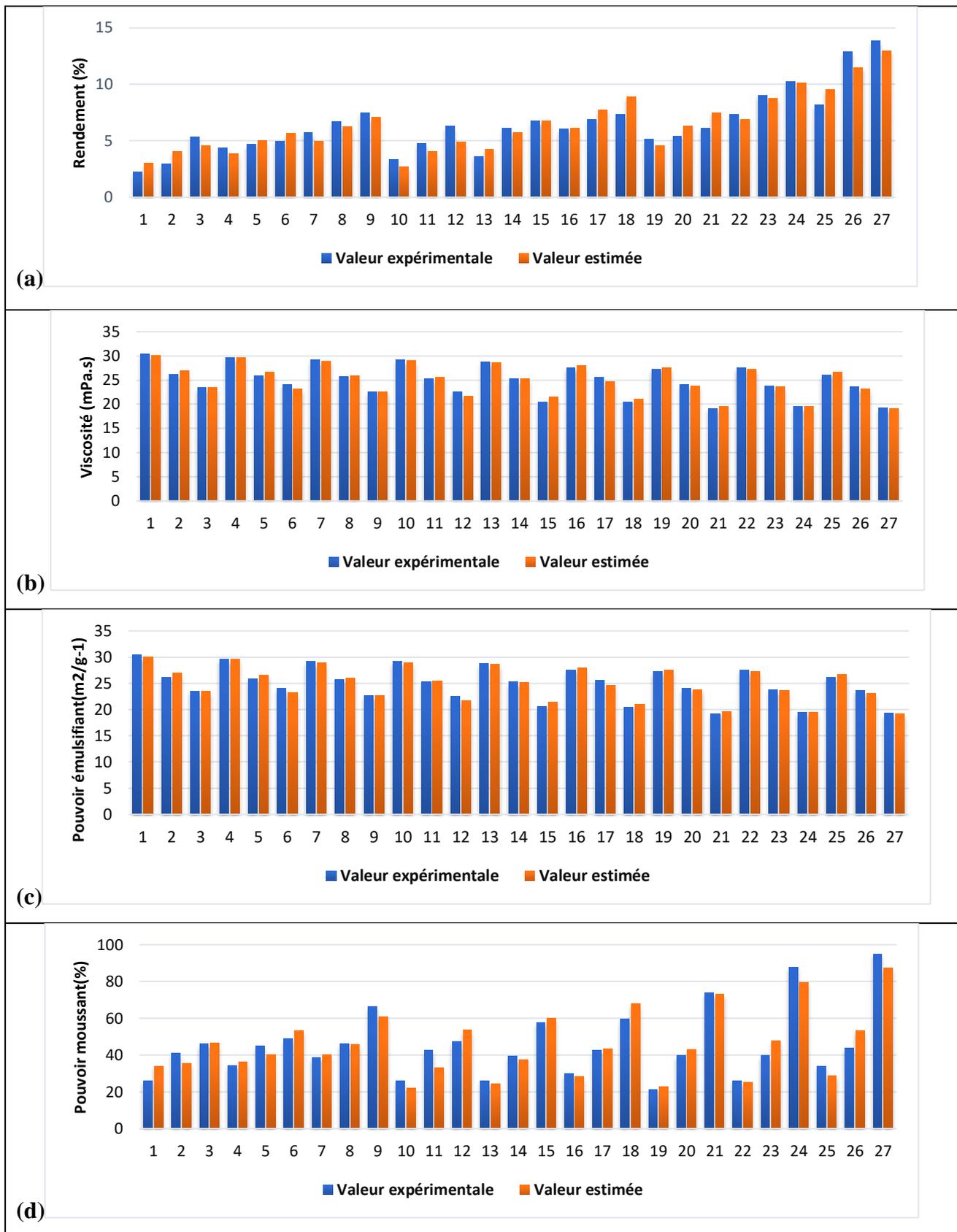


Figure 56. Comparaison des valeurs réelles et prédites de : a) Rendement, b) Viscosité, c) Pouvoir émulsifiant et d) Pouvoir moussant.

5.5. Optimisation des modèles basés sur le MRS avec la fonction de désirabilité (FD)

La fonction de désirabilité (FD) a été employée pour mener à bien l'objectif d'optimisation. La fonction de désirabilité a été classée comme l'une des techniques bien connues de l'industrie qui aide à déterminer la solution idéale dans un processus multicritère (Hertz et Kobler, 2000). Dans l'approche FD, le réglage des paramètres de traitement avec la valeur de désirabilité la plus élevée est principalement choisi comme la solution idéale (Mia et Dhar, 2016). Dans cette recherche, le FD a été réalisé à l'aide du logiciel Design-Expert (10). Les paramètres de traitement (X1, X2 et X3) ont été maintenus dans la plage expérimentale, tandis que les valeurs maximales de Y1, Y2, Y3 et Y4 ont été sélectionnées.

Les objectifs visés, la plage des paramètres technologiques examinés et la solution idéale obtenue sont démontrés avec une valeur de désirabilité accrue (0,47). Les paramètres technologiques idéaux fournis par FD se sont avérés être 75°C de température, 6 h d'extraction et 3,06 (%) de concentration d'acide acétique. En traitant cette combinaison, les valeurs optimales des réponses évaluées étaient 10,97 %, 3,36 mPa.s, 24,22 m²/g et 45,07 % pour Y1, Y2, Y3 et Y4, respectivement.

En outre, pour vérifier la pertinence de la solution optimale obtenue dans la phase d'optimisation, un test de confirmation a été planifié et effectué sur la base du réglage optimal des paramètres indépendants proposé par une FD de 0,46. Le Tableau 6 fournit les écarts en pourcentage entre les valeurs prédites et les valeurs Y1, Y2, Y3 et Y4 mesurées expérimentalement. Les écarts se situent à ± 5 %, ce qui peut être considéré comme acceptable.

Tableau 4. Comparaison de la solution optimale suggérée par FD avec le test de confirmation.

	Paramètres indépendants			Paramètres dépendants			
	X1 (°C)	X2 (h)	X3 (%)	Y1 (%)	Y2 (mP, s)	Y3 (m ² g ⁻¹)	Y4 (%)
FD	75,00	6,00	3,06	10,97	3,36	24,22	45,07
Test expérimental	75,00	6,00	3,00	10,75	3,18	23,22	46,00
Écart en pourcentage par rapport à l'essai expérimental				0,37	5,36	4,13	2,11

FD=Fonction de désirabilité, X1 = Température d'extraction (°C), X2 = Temps d'extraction (h), X3 = Concentration en acide acétique (%), Y1=Rendement (%), Y2=Viscosité (mPa.s), Y3=Pouvoir émulsifiant (m²/g), Y4=Pouvoir moussant (%).

5.6. Effets des conditions d'extraction sur les propriétés physico-chimiques de la gélatine

Afin de déterminer l'impact des propriétés physico-chimiques sur la qualité de la gélatine, des analyses ont été réalisées pour chaque extraction (n=27) sur la teneur en eau, le pH, la teneur en protéines, la teneur en lipides et en cendres et les résultats sont présentés dans le Tableau 7. Ces propriétés ont une incidence sur les propriétés technologiques de la gélatine et définissent ainsi leurs futures applications (**Schrieber et Gareis, 2007**). Les données sont présentées pour chaque combinaison de température, concentration en acide acétique et temps, avec des répétitions pour chaque mesure. Les résultats sont également accompagnés de valeurs pour LSD, R et R². Les valeurs de LSD, R et R² sont des mesures de la précision des résultats et de la qualité de l'ajustement des données. Le LSD est la différence minimale significative entre deux moyennes, R est la corrélation entre les données mesurées et les données prédites, et R² est la proportion de la variance expliquée par le modèle. Les résultats de l'analyse physico-chimique de la gélatine montrent que la température, la concentration en acide acétique et le temps ont tous un impact significatif sur les propriétés physico-chimiques de la gélatine autrement dit sur les niveaux de protéines, d'humidité, de cendre et de lipides, ainsi que sur le pH. Les mesures de LSD, R et R² montrent que les résultats sont précis et que le modèle est bien ajusté aux données.

Tableau 5. Résultats d'analyses physico-chimiques de la gélatine.

Température (°C)	Concentration (%)	Temps	pH	Humidité	Cendres (%)	Lipides (%)	Protéines (%)	
55	2	2	5,75 ^a	13,30 ^a	0,40 ⁿ	2,03 ^{lm}	60,21 ^r	
		4	5,56 ^{ab}	12,82 ^{ab}	0,50 ⁿ	2,45 ^{ijklm}	68,56 ^{opq}	
		6	5,35 ^b	12,00 ^{bc}	0,54 ⁿ	2,225 ^{ijklm}	71,56 ^{lmno}	
	3,50	2	5,64 ^{ab}	11,61 ^{cd}	1,10 ^{lm}	2,11 ^{klm}	71,46 ^{mno}	
		4	5,65 ^{ab}	11,19 ^{cd}	0,82 ^{mn}	2,24 ^{ijklm}	65,21 ^q	
		6	5,32 ^b	10,98 ^{de}	1,50 ^{jkl}	2,79 ^{hijk}	76,84 ^{ghi}	
	5	2	4,95 ^c	10,82 ^{de}	0,51 ⁿ	2,33 ^{ijklm}	71,56 ^{lmno}	
		4	4,86 ^c	10,09 ^{ef}	1,41 ^{kl}	1,78 ^m	84,25 ^b	
		6	3,42 ^{hij}	9,50 ^{fg}	1,74 ^{ijk}	2,58 ^{ijkl}	81,15 ^{bcde}	
	65	2	2	4,40 ^{de}	9,42 ^{fg}	1,38 ^{kl}	2,58 ^{ijkl}	72,31 ^{klmn}
			4	4,85 ^c	9,40 ^{fg}	1,73 ^{ijk}	2,03 ^{lm}	71,93 ^{lmno}
			6	4,95 ^c	9,30 ^{fgh}	1,82 ^{hijk}	2,64 ^{ijkl}	78,12 ^{efgh}
3,50		2	4,63 ^{cd}	9,03 ^{ghi}	1,9 ^{ghij}	2,11 ^{klm}	67,71 ^{pq}	
		4	4,27 ^{def}	8,35 ^{hij}	2,00 ^{fghi}	2,70 ^{ijkl}	75,65 ^{hijk}	
		6	4,29 ^{def}	8,25 ^{ij}	2,23 ^{efgh}	2,65 ^{ijkl}	69,06 ^{nop}	
5		2,	3,18 ^{ij}	8,21 ^{ij}	2,26 ^{defgh}	3,54 ^{defg}	80,31 ^{cdef}	
		4	3,68 ^{gh}	8,06 ^j	2,32 ^{defg}	2,85 ^{ghij}	76,09 ^{ghij}	
		6	3,40 ^{hij}	7,86 ^j	2,40 ^{def}	2,98 ^{fghi}	83,09 ^{bc}	
75		2	2	3,92 ^{fg}	7,70 ^{jk}	2,48 ^{de}	3,72 ^{bcde}	72,65 ^{ijklm}
			4	4,09 ^{ef}	7,57 ^{jk}	2,53 ^{de}	3,63 ^{cdef}	74,93 ^{hijkl}
			6	3,50 ^{hi}	7,42 ^{jk}	2,60 ^{de}	2,87 ^{ghij}	72,28 ^{klmn}
	3,50	2	3,50 ^{hi}	6,84 ^{kl}	2,70 ^d	3,54 ^{defg}	79,12 ^{defg}	
		4	3,21 ^{ij}	6,39 ^{lm}	3,40 ^c	4,29 ^{abc}	73,5 ^{ijklm}	
		6	3,48 ^{hi}	6,19 ^{lmn}	3,83 ^{bc}	3,47 ^{efgh}	77,68 ^{fgh}	
	5	2	3,38 ^{hij}	5,76 ^{mno}	3,90 ^b	4,43 ^{ab}	74,68 ^{hijklm}	
		4	3,08 ^{jk}	5,24 ^{no}	3,91 ^b	4,22 ^{abcd}	81,65 ^{bcd}	
		6	2,81 ^k	4,93 ^o	4,45 ^a	4,51 ^a	88,12 ^a	
	LSD			0,36	0,96	0,45	0,71	3,44
	R			0,98	0,97	0,97	0,91	0,96
	R ²			0,96	0,95	0,95	0,83	0,92

*Des lettres différentes dans la même colonne signifient une différence significative entre les traitements $\alpha=0,05$.

5.6.1. pH

Le pH est un paramètre physique important pour la solubilité et l'incorporation de la gélatine dans différents produits (Khiari et al., 2013). Selon les présents résultats, le pH de la gélatine diminue également avec l'augmentation de la température et la concentration de l'acide acétique. Ces résultats sont en accord avec ceux de Schrieber et Gareis (2007) et Chakka et

al. (2017) qui ont montré que le traitement à l'acide acétique influence le pH de la gélatine obtenue, et que la nature du traitement définit le type de gélatine obtenue. Dans certaines spécifications réglementaires, le pH est spécifié dans une fourchette très large. Cependant, il s'agit également d'un critère qui peut influencer le traitement ultérieur de la gélatine. Par exemple, le pH a une influence considérable sur la formation de la mousse et l'interaction de la gélatine avec les autres composants d'une formulation particulière (Gmia, 2019). Le pH peut également modifier les propriétés de gélification des produits (Schrieber et Gareis, 2007). Ils peuvent influencer les interactions moléculaires au sein de la gélatine, ce qui a un impact sur sa capacité à former un gel solide.

5.6.2. Humidité

Les résultats montrent que l'augmentation des conditions d'extraction, telles qu'une température élevée, un temps d'extraction plus long et une concentration en acide plus élevée ont réduit la teneur en eau des gélatines résultantes. Dans tous les cas, la teneur en eau de toutes les gélatines (n=27) était inférieure à 15% (Gmia, 2019). Selon les études de Gomez-Guillen *et al.* (2002), la gélatine extraite doit avoir une teneur en eau inférieure à 15%. Enfin, si la teneur en eau de la gélatine dépasse 16%, il y a un risque de formation de grumeaux et de développement de microorganismes (Schrieber et Gareis, 2007).

5.6.3. Teneurs en cendres

La teneur en cendres est un des indicateurs de qualité pour la gélatine. Une teneur élevée en cendres peut indiquer que les étapes de prétraitement, de déminéralisation et d'extraction n'ont pas été efficaces pour éliminer les minéraux solubles ou que la gélatine contient une plus grande quantité de calcium et d'autres minéraux dans les os (Almeida et Lannes, 2013). En analysant les données du Tableau 7, il est essentiel de noter que les valeurs de la teneur en cendres varient en fonction des différentes conditions d'extraction. Ces valeurs tendent à augmenter lorsque l'extraction de la gélatine est réalisée à 65 et 75°C ou Elles tendent à augmenter

Les normes recommandées pour la gélatine comestible stipulent généralement une teneur en cendres inférieure à 2% (GME, 2005).

En particulier, des valeurs de teneur en cendres se situant en dehors de la plage recommandée pourraient nécessiter une attention particulière.

5.6.4. Teneur en matière grasse

La quantité de matière grasse est un indicateur de la qualité de la purification et du raffinage. Les valeurs maximales enregistrées pour la teneur en matière grasse ont été obtenues sous des conditions spécifiques de 75° C, 6 h et 5 % d'acide acétique, ce qui explique le rendement maximal dans ces conditions. En général, les normes recommandées pour la gélatine comestible sont une teneur en humidité inférieure à 15 % (GME, 2005).

5.6.5. Teneurs en protéines

Les teneurs en protéines étaient pour la plupart supérieures à 70% et atteignaient même 80% dans certaines conditions (Tableau 7). En effet, les résultats montrent que la teneur en protéines augmente avec l'augmentation des conditions d'extraction telles que la température, le temps d'extraction et la concentration en acide, en raison de l'hydrolyse profonde de la matière première. En général, les gélatines provenant de déchets de poulet sont généralement riches en protéines (80-90 %), cependant, une faible teneur en protéines (75,13-76,37 %) a été observée dans la gélatine des pattes de poulet noir (Saenmuang et al., 2020).

Conclusion

L'optimisation des conditions d'extraction de la gélatine à partir d'un mélange de sous-produits visait en 1^{er} lieu à maximiser le rendement d'extraction d'une gélatine avec des propriétés fonctionnelles intéressantes pour les industries alimentaires, et en 2^{ème} lieu à étudier les effets de ces conditions d'extraction sur les propriétés physico-chimiques qui influent sur la qualité de la gélatine et son application.

Les conditions optimales pour extraire la gélatine du mélange têtes-pattes de poulet avec les meilleures propriétés techno-fonctionnelles étaient une concentration de 3,06 % d'acide acétique durant l'étape de traitement du collagène et une extraction de la gélatine à 75°C durant 6 h. Les résultats obtenus pourraient être utiles à l'industrie alimentaire, en particulier aux abattoirs de volailles, qui pourraient valoriser ces sous-produits en gélatine en utilisant de l'acide acétique, moins nocif pour l'environnement.

Une étude complémentaire a été entreprise pour étudier les propriétés structurales, rhéologiques et spectrales de la gélatine extraite sous les conditions optimales et qui déterminerait ses champs d'application.

Partie II

Caractérisation de la gélatine et application

Introduction

Les caractéristiques rhéologiques et structurales de la gélatine lui permettent d'être utilisée dans divers domaines tels que la pharmacie, la cosmétique, la photographie et surtout dans l'industrie alimentaire (Alipal et al., 2019). Il existe différentes méthodes pour évaluer la qualité de la gélatine, telles que l'analyse de texture de profil (TPA), la mesure de la stabilité thermique (DSC), la spectroscopie infrarouge (IRTF), la chromatographie et l'étude de la dynamique des réseaux polymères et de la structure microscopique. Ces techniques permettent de garantir que la gélatine répond aux normes industrielles et permettent de contrôler sa conformité.

Cette section vise à caractériser la gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet (têtes et pattes) obtenue sous les conditions optimales déterminées par la méthode MRS (75 °C pendant 6 h à une concentration de 3 %) et de la comparer à la gélatine ayant été obtenue sous les conditions donnant le rendement maximal. L'ultime but était de déterminer la meilleure gélatine du point de vue propriétés rhéologiques, texturales et structurales en vue de l'incorporer en tant qu'agent gélifiant dans la formulation d'une crème dessert au chocolat. À cet effet, deux objectifs ont été fixés :

- Caractériser les gélatines sur le plan rhéologique, textural et structural et comparer leurs critères de qualité pour une éventuelle application dans le domaine alimentaire,
- Substituer la « meilleure » gélatine au carraghénane dans une crème-dessert au chocolat dans un but économique et sensorielle.

1. Matériels et méthodes

1.1. Extraction de la gélatine

La gélatine a été extraite du mélange de sous-produits de poulet (GMSP) à l'aide d'acide acétique, comme décrit dans la partie précédente (Figure 17). Brièvement, 100 g d'échantillons de mélange têtes-pattes décongelés ont été trempés dans une solution de NaOH 0,5 M dans un rapport de 1/10 (p/v) à température ambiante pendant 18 h puis lavés plusieurs fois avec de l'eau distillée pour neutraliser le pH et enfin filtrés. Après filtration, le résidu a été traité avec de l'acide acétique à deux concentrations différentes : 3 % et 5 % afin d'obtenir la gélatine GMSP 3 et le GMSP5, respectivement. Dix-huit heures après, les échantillons ont été filtrés et l'extraction de la gélatine a été réalisée dans de l'eau chaude à 75 °C pendant 6 h. Ensuite, les extraits ont été agités pendant 20 min avec du charbon actif (4 g) pour éliminer les odeurs et les contaminants (Saenmuang et al., 2020).

Enfin, les extraits filtrés ont été versés dans des boîtes de Pétri et séchés pendant 48 h dans une étuve (45 °C). Les feuilles de gélatine ont été réduites en poudre à l'aide d'un broyeur électrique.



Figure 17. Extraction de la gélatine de mélange des sous-produits de poulet (têtes-pattes)
(Photo originale).

1.2. Caractérisation de la gélatine

1.2.1. Analyse de la composition proximale

La teneur en humidité, en cendre et en matières grasses de la gélatine séchée a été déterminée selon les méthodes établies par AOAC (2000). La teneur en protéines a été déterminée par la méthode Kjeldahl en utilisant un facteur de 5,55 pour convertir la valeur de l'azote en protéines de gélatine (Jones, 1931).

1.2.2. Couleur

Pour la mesure de la couleur, les échantillons ont été préparés en utilisant des gels de gélatine à 6,67 % (P/V). La couleur a été mesurée dans le système d'espace couleur L*, a* et b* à l'aide d'un chromamètre (modèle CR-400, Konica Minolta Sensing, Japon). La valeur L* indique la luminosité de l'échantillon, la valeur a* indique la différence entre la verdeur (-a*) et la rougeur (+a*) et la valeur b* indique la différence entre le bleu (-b*) et le jaune (+b*).

1.2.3. Solubilité

La solubilité a été déterminée selon la méthode de Singh et al. (2011) qui consiste à solubiliser la gélatine dans 0,5 M d'acide acétique à une concentration finale de 3 mg/ml. La solution a été ensuite agitée à une température de 4 °C pendant 24 h, puis centrifugée à 5 000

tours/min pendant 15 min. Le surnageant ainsi obtenu est utilisé pour l'étude de la solubilité de la gélatine.

Afin d'étudier l'impact du pH sur cette solubilité, le pH de la solution de gélatine a été ajusté en utilisant du NaOH 6 N ou du HCl 6 N, permettant d'obtenir un pH final variant de 1 à 10. Le volume de la solution a été ensuite complété à 10 ml en utilisant de l'eau déionisée préalablement ajustée au même pH que la solution de gélatine. La quantité de protéines présentes dans le liquide clair a été déterminée selon la méthode de Biuret (**Gornall et al., 1948**), avec l'albumine de sérum bovin comme substance de référence. La solubilité relative a été calculée par rapport à celle obtenue au pH correspondant à la solubilité maximale (**Singh et al., 2011**).

1.2.4. Quantification des acides aminés

La quantification des acides aminés dans les deux gélatines GMSP 3 et GMSP5 a été réalisée selon la méthode de **Kwanyuen et Burton (2009)**.

➤ Préparation des échantillons et des standards

Le processus d'oxydation a été réalisé à l'aide de l'acide performique. Dans un ballon à fond rond, une quantité suffisante de gélatine a été ajoutée à un mélange de 75 mg de cristaux de phénol, 1,5 ml de peroxyde d'hydrogène (30 %) et 13,5 ml d'acide formique (88 %). Ensuite, l'échantillon a d'abord reposé pendant 30 min à température ambiante puis a été placé dans un refroidisseur pendant 15 min supplémentaires avant de permettre son oxydation pendant 16 h supplémentaires. Le processus d'hydrolyse a été réalisé en ajoutant : des cristaux de phénol, un volume équivalent de 50 ml d'eau distillée et de l'acide chlorhydrique concentré dans un ballon à fond rond de 500 ml. La solution a ensuite été chauffée à l'aide d'un appareil à reflux pendant 24 h, et les hydrolysats ont été partiellement neutralisés avec 40 ml de NaOH 7,5 M.

➤ Dérivation des acides aminés avec l'isothiocyanate de phényle (PITC)

Chaque échantillon de gélatine de 30 mg a été homogénéisé pendant 1 min à vitesse moyenne dans 2 ml d'eau dans un tube en verre avec un homogénéisateur équipé d'un générateur de 7 mm. Cinq microlitres de l'échantillon mélangé ont été transférés dans un tube en verre lavé avec du HCl 6 N pendant 24 h. L'échantillon a ensuite été lyophilisé. Les échantillons ont été hydrolysés sous vide pendant 24 h à 110 °C. Les échantillons ont été séchés sous vide puis mis au congélateur jusqu'à la dérivation et l'analyse HPLC. Une réplique supplémentaire a été effectuée pour servir de témoin négatif au cas où le tube de l'échantillon

aurait pu être contaminé pendant le processus d'hydrolyse en raison de la condensation du HCl. En même temps, un échantillon de 10 µl d'un mélange standard d'acides aminés a été séché dans un autre tube en verre lavé à l'acide.

Les dérivés Phénylthiocarbamyl (PTC) contenus dans chaque échantillon ainsi que dans les échantillons de référence ont été extraits de la matrice séchée en les combinant par agitation vigoureuse avec 500 µl d'un tampon de Na₂HPO₄ à 5 mM, présentant un pH de 7,4 et contenant 5 % d'acétonitrile. En raison de la sensibilité des dérivés PTC à la lumière et à la température ambiante, les échantillons ont été reconstitués un par un. Un système HPLC équipé d'un réchauffeur de colonne, d'un passeur automatique d'échantillons, d'un détecteur à longueur d'onde variable et d'un contrôleur logiciel d'acquisition de données a été utilisé pour analyser dix microlitres d'échantillon. Une colonne de silice amorphe Pico-Tag liée au diméthyl-octadécylsilyle avec un filtre de colonne en ligne a été utilisée comme colonne en phase inverse. La température de la colonne a été maintenue à 38 °C. Les dérivés PTC ont été séparés et élués par un gradient résultant du mélange des éluants A et B. L'éluant A était composé de 150 mM de CH₃COONa, 3H₂O, 0,05 % de TEA, et 6 % d'acétonitrile, pH 6,4. L'éluant B était composé de 6 :4 acétonitriles : eau (v/v). Le débit était de 1 ml/min tout au long de l'opération, et le gradient était constitué des profils suivants : 100 % A au départ, 80 % A et 20 % B à 5,5 min, 54 % A et 46 % B à 10 min, 100 % B à 10,5-12,5 min, 100 % A à 13 min. Les dérivés PTC élués de la colonne ont été détectés à 254 nm et enregistrés. La colonne a été régénérée et équilibrée avec l'éluant A pendant 10 min. Un nouvel échantillon fraîchement reconstitué a été injecté et analysé.

1.2.5. Force de bloom

La force du bloom a été déterminée par la méthode décrite par **Sarbo et al. (2013)**. La gélatine a été pesée (7,5 g) et dissoute dans de l'eau déionisée (105 ml) dans un bocal à bloom, et la solution (6,67 %) a été couverte et maintenue à température ambiante pendant 3 h. Après cela, la solution a été chauffée dans un bain-marie à 60 °C pendant 20 min, puis refroidie à température ambiante et maintenue à 10 °C pendant 16 h. La force du bloom a été mesurée par un analyseur de texture (stable micro systems, UK) en utilisant une sonde cylindrique à une vitesse de 0,5 mm/s à une profondeur de 4 mm de l'échantillon. La force maximale (g) a été obtenue et traduite comme la valeur du gel bloom (g).

1.2.6. Analyse du profil de la texture (TPA)

➤ Préparation du gel

Les gels de gélatine ont été préparés en dissolvant la gélatine en poudre dans de l'eau distillée jusqu'à une concentration finale de 6,67 % (p/v). La solution a ensuite été chauffée pendant 30 min dans un bain-marie à des températures allant de 50 à 60 °C avec une agitation occasionnelle. Le mélange a ensuite été refroidi pendant 10 min avant d'être placé dans un réfrigérateur (4-6 °C) pendant 24 h pour permettre la formation du gel. Ensuite, les gels ont été retirés du bécher à l'aide d'une spatule et utilisés pour l'analyse de la texture.

➤ Analyse instrumentale du profil de texture (test de compression à deux cycles)

Le test a été réalisé selon la méthode décrite par **Chandra et Shamasundar (2015)**. Les dimensions du gel étaient de 3 cm de diamètre sur 4 cm de hauteur. Le TPA a été réalisé à l'aide d'un analyseur de texture TA-TX2 (Stable Micro Systems Ltd., Surrey, UK), équipé d'une cellule de charge de 50 kg. Un plateau de compression de 75 mm de diamètre a été utilisé pour comprimer une forme cylindrique des gels, comprimés deux fois à 40 % de la hauteur initiale du gel à un taux de compression de 1 mm/s. Les paramètres du TPA étaient les suivants : vitesse de pré-test : 1,5 mm/s ; vitesse de test : 1,0 mm/s ; vitesse de post-test : 1,5 mm/s ; distance du mode cible : 10 mm ; force de déclenchement : 5 g ; type de déclenchement : Auto ; taux d'acquisition des données : 200 points par seconde (pps). Le délai entre la première et la deuxième compression était de 5 s. L'analyse TPA a été réalisée à température ambiante (25 °C) et l'analyse a été achevée en 100 s. Un graphique force-temps a été généré et les paramètres de texture, tels que la dureté, l'adhésivité, l'élasticité, la cohésion, la fracturabilité, la résilience, la gomme et la masticité, ont été calculés à l'aide d'un logiciel fourni avec l'instrument.

1.2.7. Mesures par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) (Differential Scanning Calorimetry)

L'analyse DSC des échantillons a été réalisée à l'aide de Perkin Elmer, DSC, 8000. En bref, 4 mg de poudre de gélatine ont été chauffés avec une vitesse de chauffage de 5 °C/min de -20 à 200 °C en présence d'azote gazeux (**Rather et al. 2022**).

1.2.8. Détection des groupes fonctionnels par spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La méthode implique l'ajout du KBr à la gélatine dans un mortier avec un rapport de 1 :6, suivi d'un broyage fin du mélange. L'échantillon résultant est pressé en un palet à l'aide d'une

presse hydrolytique et placé dans le porte-échantillon IR d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). L'absorbance est réglée à 4000-500 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} , et le spectre moyen est obtenu à partir de 32 scans (Zhou *et al.*, 2016).

1.2.9. SDS-PAGE

Les profils protéiques des gélatines ont été déterminés par SDS-PAGE selon la méthode de **Khiari *et al.* (2013)** avec une légère modification. Les solutions de gélatine (5 mg/ml de teneur en protéines) ont été diluées à 1:1 (V/V) avec un tampon contenant du β -mercaptoéthanol, puis chauffées à 90 °C pendant 5 min. Dix microlitres d'échantillons et de marqueurs de poids moléculaire (Bio-Rad Laboratories Inc., Hercules, CA) ont été chargés sur un gel prêt à l'emploi de 4 à 20 % (Bio-Rad Laboratories Inc.). Les échantillons ont été soumis à une tension constante de 120 V sur un appareil d'électrophorèse Power Pack Basic (Bio-Rad Laboratories Inc.). Le gel a ensuite été coloré à l'aide de Coomassie Brilliant Blue R250 et décoloré à l'aide d'un mélange d'eau distillée, de méthanol et d'acide acétique dans un rapport de 50/40/10 (V/V/V). Le gel a été scanné à l'aide de l'Image Scanner (Amersham Biosciences, Uppsala, Suède).

1.2.10. Détermination de la microstructure par microscopie électronique à balayage (MEB)

La détermination de la microstructure a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage par la méthode modifiée de **Wolf et Baker, (1975)** et **Pieniazek et Messina, (2016)**. L'échantillon (gélatine en poudre ou gélatine congelée séchée) a été appliqué sur la surface de l'autocollant sur un porte-spécimen. L'échantillon a été recouvert d'or pur à 99 % à l'aide de l'Auto Fine Coater avant d'être analysé au MEB (Jeol-6360, USA). Le spécimen a été visualisé avec un grossissement de 5 000 X.

1.2.11. Analyses microbiologiques de la gélatine

Il est important de préciser que seule la gélatine GMSP3 a été contrôlée microbiologiquement en raison de son incorporation dans la crème dessert et ce pour des raisons évoquées ultérieurement. Les germes recherchés dans l'échantillon GMSP3 sont ceux figurant dans le journal officiel algérien concernant le contrôle de qualité de la gélatine (**JORA, n° 39, du 2 juillet 2017**). Toutes les analyses microbiologiques ont été effectuées en triplicata.

➤ **Préparation de la solution mère**

La solution mère de l'échantillon à analyser a été préparée dans des conditions stériles en dissolvant 1 g de gélatine dans 9 ml d'eau physiologique chauffée à 45 °C, et bien vortexé pour obtenir une solution mère 10^{-1} .

➤ **Flore aérobie mésophile totale (FTAM)**

Un millilitre de chaque dilution (10^{-2} à 10^{-5}) préparée à partir de la solution mère a été ensemencé en masse sur gélose PCA . Les boîtes ont été ensuite incubées à 30 °C pendant 24 à 72 h.

➤ **Dénombrement des coliformes totaux et thermotolérants.**

Pour mettre en évidence ces bactéries, une solution mère est préparée en dissolvant 1g de gélatine dans 9 ml de bouillon nutritif, puis on l'incube dans 10 ml de bouillon MacConkey à $42\pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 24 heures. Les résultats négatifs se caractérisent par l'absence de changement de couleur et l'absence de coliformes, tandis que les résultats positifs sont indiqués par un virage du milieu au violet et la présence de gaz dans la cloche de Durham. En cas de résultat positif, on procède à un ensemencement en surface sur gélose MacConkey, puis on incube à 44°C pendant 24 à 48 heures.

➤ **Recherche de *Staphylococcus aureus***

La mise en évidence de ce germe dans la gélatine consiste à introduire 1 ml de la solution mère dans un tube contenant 15 ml de bouillon Giolliti Cantoni. Le tube est ensuite incubé à 37°C pendant 24 à 48 heures. Si, à l'issue de cette période, aucun trouble n'est observé, cela indique l'absence de *Staphylococcus*. En cas de présence de trouble, la confirmation se fait par isolement sur gélose Baird-Parker (+tullirite de potassium) pour mettre en évidence les colonies caractéristiques.

➤ **Recherche spores des bactéries anaérobies sulfite-réductrices et *Clostridium perfringens***

Pour mettre en évidence les anaérobies sulfite-réducteurs, 1 ml de la solution mère a été inoculé dans 9 ml d'un milieu viande-foie (Tryptone sulfite néomycine) et homogénéisé. Ensuite, le mélange a été chauffé à 80°C pendant 10 min dans un bain-marie, puis incubé à 45°C . La présence de colonies noires en profondeur révèle la présence de *Clostridium perfringens*.

➤ **Recherche de Salmonella**

Pour mettre en évidence cette bactérie, une solution mère a été préparée en dissolvant 1g de gélatine dans 9 ml de bouillon nutritif. Après cela, 1 ml de bouillon nutritif est inoculé dans 10 ml de Sélénie-cystine, puis incubé pendant 24h à 37°C. Les résultats négatifs sont caractérisés par l'absence de changement de couleur, tandis que les résultats positifs présentent un précipité rouge brique. En cas de résultat positif, un ensemencement en surface est réalisé avec une boucle en platine sur gélose SS (*Salmonella-Shigella*), et incubé à 37°C pendant 24, 48 ou prolongé à 72 heures, ce qui n'a pas été réalisé en raison du résultat négatif.

1.2.12. Etude Technico- économique de la production de la gélatine

Dans le cadre de l'évaluation du coût de la production d'1 kg de gélatine à partir d'un mélange de sous-produits, une analyse technico-économique a été menée par un bureau d'ingénierie et d'études techniques et financières situé dans la wilaya de Mascara en avril 2022. L'objectif principal de cette étude était d'analyser en détail les coûts associés à la fabrication de 1 kg de gélatine en utilisant la méthode de coulée directe (direct casting). Pour parvenir à cette évaluation, des informations spécifiques ont été nécessaires concernant les coûts engagés tout au long du processus de production de la gélatine, y compris les dépenses liées aux matières premières utilisées, les coûts énergétiques, ainsi que d'autres dépenses connexes, telles que présentées dans les Tableaux 8 et 9.

Tableau 6. Coût des produits utiliser.

Les produits consommer	Coût pour produire 10 g de gélatine en DA	Coût pour produire 1 Kg de gélatine en DA
Matière première fraîche		100 DA/Kg
NaOH 0,5M	7	700
Acide acétique	0,91	91
Charbon actif	2,00	200
Eau distillée	2,50	250

Tableau 7. Coût énergétique et des utilitaires nécessaire pour la production de 1 kg de gélatine pure en DA.

Coûts énergétique et utilitaires	Coût pour produire 1 Kg de gélatine en DA
Agitation	7
Chauffage	30
Broyage	14
Filtration	15
Séchage	14
Tamissage	50
Mains d'œuvre	400
Transport	50
Utilités	100

1.3. Application

1.3.1. Incorporation de gélatine dans une crème dessert au chocolat

1.3.1.1. Préparation de la crème dessert au chocolat

Etant donné que la valeur moyenne de bloom ainsi que les propriétés texturales de la gélatine GMSP3, extraite après un traitement du collagène avec 3% d'acide acétique, étaient supérieurs à celle de GMSP5 (voir ultérieurement **section 2.2 et section 2.3**), la GMSP3 a été incorporée dans un produit laitier comme ingrédient gélifiant. L'objectif était de remplacer le carraghénane dans une préparation de crème dessert au chocolat par un agent gélifiant moins cher. La préparation de la crème dessert au chocolat à base de gélatine (CDG) a été réalisée selon les étapes suivantes : la GMSP3 a été mélangée à différentes doses (3,5‰, 4,5 ‰ ou 5 ‰) avec l'amidon modifié (5g), le sucre (120 g), le cacao (40 g), le sel (1 g) et 1 ml d'arôme chocolat. Les ingrédients secs ont été dissous dans 1L de lait à 70 °C. Les préparations ont ensuite été chauffées à 120 °C pendant 10 secondes. Les préparations de crème dessert chocolatée à base de gélatine (CDG 3,5‰, CDG 4,5 ‰ et CDG 5 ‰) ont été versées dans des moules individuels et placées au réfrigérateur à 4°C pendant 18 h. Une crème dessert au chocolat à base de carraghénane (CDC) préparée selon la recette conventionnelle décrite ci-dessus en utilisant la carraghénane à 3,5 ‰ a été considérée comme le témoin.

Il est important de préciser que l'extraction de la gélatine et la préparation des crèmes desserts ont été réalisées dans de bonnes conditions d'hygiène et le remplissage des moules sous hotte UV.

1.3.2. Analyses physicochimiques des crèmes desserts

➤ pH

Le pH des échantillons de crème dessert a été déterminé à température ambiante sur 10 ml de chaque échantillon (pH-mètre AD1200, ADWA INSTRUMENTS, Hongrie).

➤ Viscosité dynamique

La viscosité dynamique des échantillons de crème dessert a été déterminée à l'aide d'un viscosimètre (HAAKE Falling Ball Viscometer Type C, Thermo Fisher Scientific, Allemagne). Pour chaque échantillon, un volume connu de crème dessert ayant une densité (d_2) a été versé dans le tube du viscosimètre maintenu à une température constante de 10 °C. Ensuite, une bille de diamètre connu a été déposée sur le dessus du volume de crème dessert. Le temps de chute de la bille numéro 3 passant de l'anneau A à l'anneau B a été mesuré à l'aide d'un chronomètre.

La viscosité dynamique de chaque échantillon de crème dessert a été calculée comme suit :

$$\eta = k(d1 - d2) \cdot t$$

η : viscosité (mPa.s),

$d1$: densité de la boule en g/cm³, ($d2= 8,2$ g/cm³),

$d2$: densité de la solution de crème dessert (1,2 g/cm³) à 10° C

t : temps (seconds).

1.3.3. Analyse microbiologique des crèmes desserts

Les méthodes employées pour assurer le contrôle de qualité microbiologique sont basées sur les procédures décrites dans les méthodes officielles d'analyses microbiologiques du Journal Officiel de la République Algérienne (**JORA, 1998**). Ces méthodes sont en accord avec les pratiques du laboratoire d'analyse de l'entreprise HODNA-LAIT pour évaluer la qualité microbiologique.

➤ Préparation de la solution mère et dilutions

Pour préparer une suspension mère de crème dessert à une concentration de 1 g/ml, 10 g de crème dessert ont été mélangé avec 10 ml d'eau physiologique. A partir de cette solutions mère, plusieurs dilutions ont été préparées (10^{-1} - 10^{-5}).

➤ Recherche de la flore totale aérobie mésophile

Un prélèvement de 0,1 ml a été effectué à partir de chaque dilution et a été étalé en surface sur une gélose nutritive. Les boîtes ont été incubées à une température de 30 °C pour une durée de 48 à 72 h.

➤ Dénombrement des coliformes thermotolérants

Un volume de 0,1 ml de chaque dilution (10^{-1} à 10^{-5}) a été étalé en surface sur des boîtes de Pétri contenant de la gélose VRBL. Les boîtes ont été incubées pendant 24 à 48 h à 44 °C.

➤ Recherche des staphylocoques

Un prélèvement de 0,1 ml de chaque dilution a été étalé en surface sur milieu Baird Parker. Ensuite, l'incubation a été réalisée à une température de 37°C dans une étuve pendant une période de 48 à 72 heures.

➤ Recherche des Salmonelles

Un pré-enrichissement de 1 ml de la solution mère dans de l'eau peptonée à une température de 37 °C a été effectué pendant 18 à 24 heures. Ensuite, un enrichissement ultérieur en milieu sélénite-cystine à 37 °C a été réalisé pendant 24 heure. L'étape d'isolement n'a pas été réalisée en raison d'absence de trouble.

1.3.4. Évaluation sensorielle

Une analyse sensorielle a été menée pour identifier l'acceptation sensorielle de 45 dégustateurs, issus de l'école supérieure d'agronomie de Mostaganem et de l'université de Mostaganem. Après explication de la procédure adoptée pour une évaluation sensorielle, il a été demandé aux dégustateurs des deux sexes (21-32 ans) d'évaluer les quatre préparations de crème dessert au chocolat présentées au hasard en les notant sur une échelle hédonique en 9 points allant de 9 (aime énormément) à 1 (n'aime pas du tout). Les cinq attributs évalués étaient l'apparence, la saveur, la texture en bouche, le goût et l'acceptabilité générale.

1.4. Analyse statistique

Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du programme statistique Minitab v.18. Les données obtenues à partir de l'évaluation sensorielle ont été comparées statistiquement par une analyse de variance (ANOVA). Une comparaison entre les deux gélatines a été effectuée à l'aide du test T. Le niveau significatif a été accepté à $p \leq 0,05$.

2. Résultats et discussions

2.1. Rendement d'extraction de la gélatine et propriétés physico-chimiques

2.1.1. Rendement

Le rendement des gélatines GMSP3 et GMSP5 a atteint $10,49 \pm 0,49\%$ et $13,2 \pm 0,24\%$, respectivement. Il semble qu'une concentration plus élevée d'acide acétique ait induit une extraction plus importante du collagène soluble, ce qui a par conséquent d'augmenter le rendement d'extraction de la gélatine. Dans l'ensemble, le rendement dans la présente étude était supérieur à celui obtenu à partir des têtes (**Ee et al., 2019**) et des pattes de poulet (**Almeida et Lannes, 2013**), mais inférieur par rapport au rendement de la gélatine extraite par procédure biotechnologique à partir des pattes de poulet (**Mokrejš et al., 2019**). La différence de rendement est due à la composition différente des matières premières, notamment la teneur en collagène et les conditions d'extraction (**Du et al., 2013** ; **Lassoued et al., 2014** ; **Sinthusamran et al., 2014**).

2.1.2. Composition proximale de la gélatine

Le Tableau 10 présente la composition proximale des gélatines GMSP3 et GMSP5. Les deux gélatines avaient une teneur en humidité qui respectait la limite prescrite ($\leq 16\%$) (**Schrieber et Gareis, 2007** ; **Almeida et Lannes, 2013**), ce qui est important pour prévenir le développement microbiologique (**Sebastian, 2014**). La teneur en protéines de GMSP3 et GMSP5 était statistiquement similaire ($p > 0,05$) et comparable aux résultats rapportés pour la gélatine bovine (**Rahman, 2012**). En revanche, les teneurs en matières grasses et en cendres de GMSP3 et GMSP5 n'ont pas été incluses dans les fourchettes standard qui sont de 0% de matières grasses pour les types A et B, et de $0,3-2\%$ de cendres pour le type A et de $0,5-2\%$ pour le type B (**Gmia, 2019**). La teneur élevée en minéraux résulte probablement de la déminéralisation des os surtout ceux des têtes de poulet (**Chakka et al., 2017**). Pour l'application de la gélatine dans l'industrie alimentaire, la teneur en minéraux doit atteindre un maximum de 3% (**Gál et al., 2020**). Cette limite n'a pas été dépassée pour le GMSP3. Afin de réduire la quantité indésirable de cendres dans ces gélatines, il est recommandé de passer les solutions de gélatine dans une chromatographie échangeuse d'ions ou par une technique appropriée de déminéralisation de la gélatine, comme l'ultrafiltration ou la nanofiltration (**Sebastian, 2014**). L'utilisation de charbon actif pour éliminer les odeurs indésirables et éclaircir la couleur s'est avérée insuffisante pour réduire les quantités excessives de graisse, comme le rapportent **Talapphet et al. (2017)**. Ainsi, l'utilisation d'un solvant comme l'éthanol

est recommandée pendant le prétraitement des matières premières pour réduire la teneur en lipides dans le produit fini (Chakka et al., 2017 ; Rahim et al., 2021 ; Shaari et al., 2021).

2.1.3. pH

Les valeurs de pH des gélatines extraites GMSP3 et GMSP5 ont été incluses dans les normes de pH des gélatines commerciales (3,8 à 7,6) (Gál et al., 2020). La valeur du pH peut être affectée par la concentration en acide acétique utilisée lors de l'extraction, ou par l'acidité de l'eau d'extraction qui est une eau légèrement acide. Selon certains auteurs (Gudmundsson et Hafsteinsson, 1997 ; Songchotikunpan et al., 2008 ; Chakka et al., 2017), la valeur du pH de la gélatine est influencée par le type et la force du produit chimique utilisé pendant la procédure d'extraction, ainsi que par le processus de lavage (Tableau 10).

Tableau 8. Composition proximale des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

Paramètres (%)	Gélatines		P-value
	GMSP3	GMSP5	
Humidité	7,86±0,37	4,93±0,75	0,33
Lipides	2,99±0,50	3,51±0,40	0,10
Cendres	2,40±0,57	4,45±0,69	0,33
Protéines	86,53±1,02	88,13±0,97	0,33
pH	4,41±0,39	3,81±0,31	0,33

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 5 % d'acide acétique.

* Niveau de signification $\alpha=0,05$, test T sur échantillons appariés.

2.1.4. Couleur

Concernant l'analyse de la couleur des gélatines, les deux types de gélatines ne montrent pas de différence significative dans les valeurs L^* et a^* ($p>0,05$). Tandis que la valeur b^* de la GMSP5 était supérieure à celle de la GMSP3 ($<0,0001$). La gélatine était relativement de couleur claire (L^* tendant vers 100) virant vers le jaune se traduisant par des valeurs positives du paramètre b^* . La gélatine était jaunâtre probablement à cause de la réaction de Maillard induite par la lysine libérée par l'acide en contact avec le composant C = O présent dans la gélatine (Jridi et al., 2014 ; Mulyani et al., 2017). Généralement, la couleur de la gélatine dépend de la matière première et des conditions de traitement (Jakhar et al., 2012).

Bien que les paramètres de couleur puissent diminuer les attributs d'apparence, ils n'affectent pas les propriétés fonctionnelles des gélatines (Ockerman et Hansen, 2000). La couleur a une valeur esthétique car elle n'influence pas théoriquement les propriétés fonctionnelles de la gélatine, mais sert uniquement à satisfaire les besoins des consommateurs (Zarai et al., 2012 ; Shyni et al., 2014 ; Mulyani et al., 2017).

Tableau 9. Attributs de couleur des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

	GMSP3	GMSP5	P-value
L*	61,14±0,31	61,59±0,27	0,28
a*	-1,93±0,24	-2,40±0,04	0,05
b*	9,76±0,23	11,74±0,37	< 0,0001

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique

* Niveau de signification alpha=0,05, test T sur échantillons appariés.

2.1.4. Solubilité

La solubilité la plus élevée a été obtenue à pH 4 avec une valeur moyenne plus élevée pour GMSP3 par rapport à GMSP5. La valeur de solubilité la plus faible est enregistrée à pH 6 et 7 (Tableau 12).

Tableau 10. Solubilité (mg) des gélatines à différents pH.

pH	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Effet pH
GMSP 3	1,08 ^b	1,20 ^{ab}	1,19 ^{ab}	1,28 ^a	1,08 ^b	0,85 ^c	0,75 ^c	0,77 ^c	0,81 ^c	0,87 ^c	
	±	±	±	±	±	±	±	±	±	±	**
	0,07	0,20	0,17	0,01	0,10	0,02	0,01	0,02	0,01	0,03	
GMSP 5	0,79 ^b	0,83 ^b	0,89 ^b	1,13 ^a	0,81 ^b	0,55 ^c	0,43 ^c	0,39 ^b	0,53 ^{cd}	0,76 ^b	
	±	±	±	±	±	±	^d ±	±	±	±	**
	0,01	0,01	0,09	0,16	0,08	0,13	0,10	0,04	0,05	0,02	

Les résultats sont exprimés en moyenne suivis de l'écart type ; ** Effet hautement significatif (p<0.05) du pH ; NS : Effet non significatif (p>0.05) du pH ; a, b, c : comparaison statistique des moyennes deux à deux ; GMSP3 ; GMSP5 : Gélatine obtenu.

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 5 % d'acide acétique.

La solubilité relative a été calculée par rapport à la valeur de pH qui a donné la plus grande valeur de solubilité. La Figure 18 représente la solubilité relative de gélatine extraite à 3 % d'acide acétique (GMSP3) en comparaison à celle de la GMSP5 extraite à 5 % d'acide acétique.

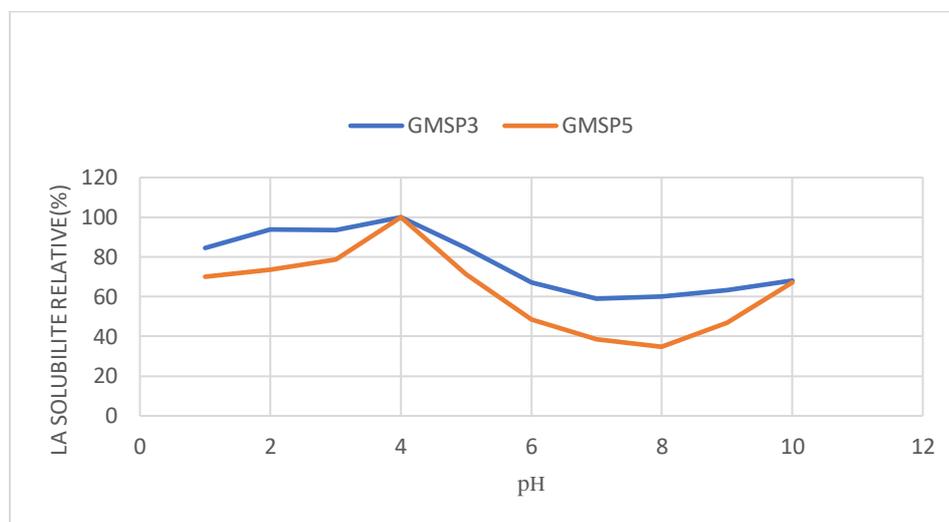


Figure 18. Solubilité relative (%) des gélatines à différentes valeurs de pH.

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 5 % d'acide acétique.

Pour GMSP3, sa solubilité varie en fonction du pH, atteignant son niveau le plus bas à 58,98 % lorsqu'il est maintenu à un pH de 7. En revanche, la solubilité de GMSP3 atteint son point culminant à 100 % lorsque la solution est à un pH de 4. En ce qui concerne GMSP5, une solubilité minimale de 34,77 % est constatée à un pH de 8, tandis que la meilleure solubilité, également à 100 %, est enregistrée lorsque le pH est ajusté à 4. En général, on observe une plus grande solubilité relative (%) pour GMSP3 par rapport à GMSP5. Cette méthode permet de mesurer la solubilité de la gélatine, ce qui peut être utile pour évaluer les propriétés fonctionnelles de la gélatine dans des applications spécifiques. Cependant, il est important de noter que la solubilité de la gélatine peut varier en fonction de différents facteurs tels que la source, la qualité et la concentration de la gélatine, ainsi que de la composition de la solution dans laquelle elle est solubilisée (Du et al., 2013).

2.1.5. Composition en acides aminés

La composition des deux gélatines a montré une teneur en acides aminés relativement plus élevée dans le GMSP 3 par rapport au GMSP5 (Tableau 13), la glycine étant plus dominante suivie de la proline. Plusieurs études ont rapporté des résultats similaires concernant la faible teneur en alanine, leucine, méthionine et tyrosine (Raraswati et al., 2013 ; Pranoto et al.,

2016 ; *Ee et al., 2021*). Les deux acides aminés tryptophane et cystéine étaient absents, ce qui est dû à leur absence dans le collagène de type I (*Schrieber et Gareis, 2007 ; Ktari et al., 2014 ; Lassoued et al., 2014 ; Jridi et al., 2015*). Les teneurs en acides aspartique et glutamique étaient plus élevées que celles rapportées précédemment (*Sarbon et al., 2013 ; Ktari et al., 2014*), ce qui peut être associé au traitement acide. La glutamine et l'asparagine peuvent avoir été converties en leurs formes acides pendant l'extraction du collagène avec de l'acide acétique. Ce phénomène a été observé de manière similaire pour la gélatine de peau de raie épineuse (*Lassoued et al., 2014*) et la gélatine de peau de thon (*Gómez-Estaca et al., 2009*).

Tableau 11. Composition en acides aminés des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

Acides aminés	GMSP3 (p/p %)	GMSP5 (p/p %)
Arginine	1,94	2,00
Acide aspartique	3,89	3,79
Alanine	0,66	0,67
Acide glutamique	8,04	7,63
Glycine	20,24	17,73
Histidine	1,28	1,32
Isoleucine	2,24	1,96
Leucine	0,09	0,05
Lysine	1,65	1,24
Méthionine	0,18	0,34
Phénylalanine	1,60	1,49
Proline	9,83	9,17
Serine	1,99	1,40
Tyrosine	0,19	0,20
Thréonine	4,47	4,09
Valine	1,56	1,34
Tryptophane	ND	ND
Cystéine	ND	ND

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
 GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
 ND : non détecté

2.3. Profil de texture

L'analyse du profil de texture (TPA) est un test de double compression qui détermine les propriétés texturales des produits alimentaires et leur comportement mécanique sous différentes conditions de force et de vitesse (**Friedman et al., 1963 ; Rather et al., 2022**). Cette méthode a été largement utilisée pour la caractérisation des aliments et le contrôle de la qualité (**Tuoc et Glasgow, 2012**). La Figure 19 montre les courbes force-déformation des échantillons de gélatine.

La dureté est liée à la résistance de la structure du gel sous compression et correspond à la force maximale pendant le premier cycle de compression (**Chandra et Shamasundar, 2015**), qui correspond au pic maximal de la Figure 19. La dureté des échantillons de gel préparés avec GMSP3 et GMSP5 est considérablement différente ($p < 0,001$) (**Tableau 14**). Le traitement à l'acide acétique à une concentration plus faible (3 %) donne un gel beaucoup plus résistant par rapport à celui traité à l'acide acétique à 5 %.

L'adhésivité est la force de surface négative pour la première bouchée et représente le travail nécessaire pour surmonter les forces d'attraction qui existent entre la surface d'un aliment et les surfaces d'autres matériaux avec lesquels il entre en contact (**Chandra et Shamasundar, 2015**). La valeur plus élevée du pouvoir collant de la GMSP3 par rapport à celle de GMSP5 implique une texture douce et peut être utilisée pour certaines préparations de desserts (**Rather et al., 2022**). Ces résultats sont cohérents avec ceux de l'étude de **Yusof et al. (2019)** qui ont signalé que les gelées à haute fermeté ont également une valeur d'adhérence élevée.

L'élasticité est la capacité d'un produit alimentaire à retrouver sa hauteur primaire après avoir été déformé lors de la première compression. Une élasticité plus élevée implique une plus grande énergie de mastication dans la bouche (**Rahman et Al-Farsi, 2005**). Les deux échantillons ont montré des valeurs d'élasticité (**Tableau 14**) proches de la valeur de 0,943 obtenue avec la gélatine porcine commerciale (**Chandra et Shamasundar, 2015**).

La cohésivité indique la force intermoléculaire de l'aliment et le degré auquel un aliment peut être déformé avant de se briser (**Radočaj et al., 2011**). Dans la Figure 19, la cohésivité est définie comme le rapport entre l'aire de la force positive sous la première et la deuxième compression (**Lau et al., 2000**). La valeur de la cohésivité du GMSP3 est plus élevée que celle du GMSP5. De ces résultats, il en ressort que la GMSP3 a une plus grande capacité à résister à une seconde déformation que la première.

Le « gumminess » est l'énergie nécessaire pour décomposer un aliment semi-solide afin de l'avaler (**Hwang et al., 2012**). Il est calculé en multipliant la dureté par la cohésivité (**Garrido et al., 2015 ; Kreungngern et Chaikham, 2016**). Les résultats montrent que la GMSP3 a une valeur de gumminess plus élevée que celle de la GMSP5. La littérature rapporte que la gomme d'un produit augmente lorsque la dureté augmente (**Mutlu et al., 2018**), ce qui est en accord avec les résultats obtenus.

La mâchabilité est l'une des caractéristiques importantes de la texture d'un produit gélifié (**Wangtueai et Noomhorm, 2009 ; Calvarro et al., 2016**). La valeur de mâchabilité de la GMSP3 était plus élevée que celle de GMSP5. Comme pour le paramètre de gumminess, la mâchabilité augmente à mesure que la dureté augmente (**Chandra et Shamasundar, 2015**).

La résilience est une mesure de la façon dont l'échantillon récupère de la déformation à la fois en termes de vitesse et de force (**Fermin et al., 2006**). Selon les résultats obtenus, GMSP3 avait une résilience plus élevée que GMSP5 ce qui témoigne de la capacité de récupération élastique qui est liée à la nature du réseau formé pendant le gel de gélatine lié à son tour aux résidus imino (**Liu et al., 2009**).

En revanche, aucune friabilité (**Figure 19**) n'a été observée pour les deux gels de gélatine extraits des sous-produits têtes et pattes de poulet combinées (têtes et pattes) à 40 % de compression. C'est également le cas de la gélatine de poisson (**Rahman et Al-Mahrouqi, 2009**) et des gélatines porcine et bovine (**Almeida et Lannes, 2013**).

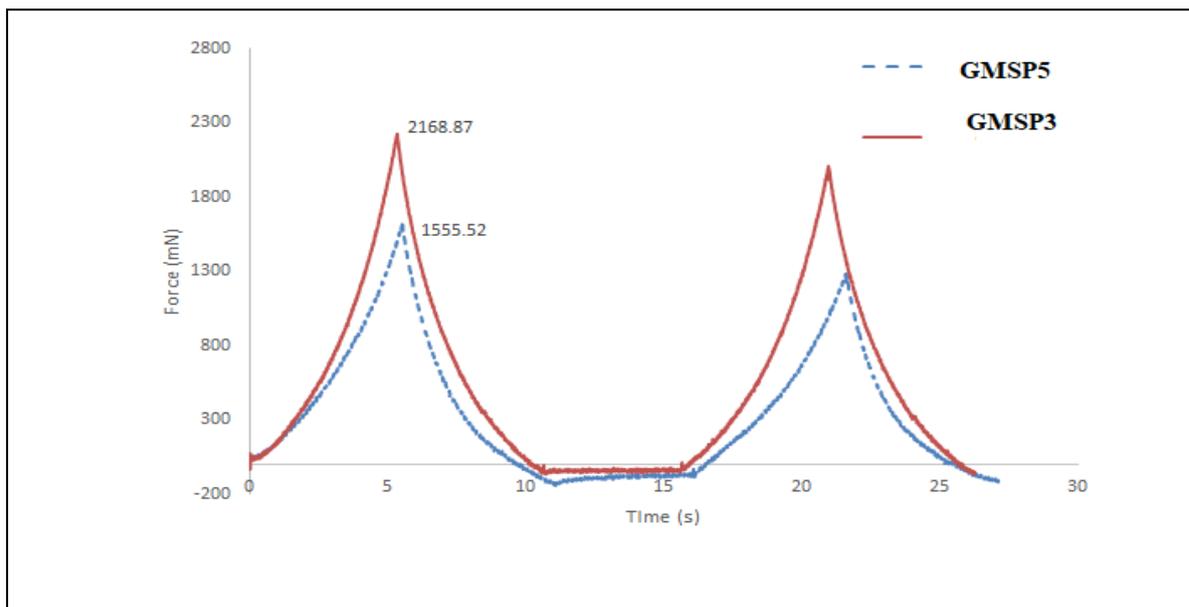


Figure 19. Profil textural des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

D'après les résultats de l'analyse du profil textural, il est clair que les propriétés texturales de la gélatine GMSP3 sont meilleures que celles de la GMSP5. Sur la base des valeurs plus élevées des paramètres de texture et de la force du gel qui indiquent une meilleure qualité de la gélatine (Yang *et al.*, 2007), on peut conclure que la GMSP3 est de bonne qualité et peut être utilisée dans des applications alimentaires.

2.2. Force du gel

La valeur de Bloom est le paramètre clé pour déterminer la qualité de la gélatine qui, à son tour, détermine la valeur commerciale du produit à base de gélatine (Schrieber et Gareis, 2007; Boran et Regenstein, 2010 ; Sebastian, 2014). La gélatine GMSP3 a une force de gel acceptable puisqu'elle se situe entre 150 et 220 g (Tableau 14). La gélatine avec une valeur de bloom dans cette gamme peut être utile comme ingrédient dans les produits laitiers (Imeson, 1997 ; Schrieber et Gareis, 2007). La GMSP5 est une gélatine de faible qualité puisque sa valeur de bloom (Tableau 14) est inférieure à 150 g (Hanani, 2016). Ce type de gélatine peut être utile pour l'encapsulation (Johnston-Banks, 1990 ; Schrieber et Gareis, 2007 ; Boran et Regenstein, 2010 ; Sebastian, 2014 ; Gmia, 2019). Cette différence dans la force du bloom est liée à la composition en acides aminés qui, à son tour, est affectée par la concentration en acide acétique, comme le rapportent Chakka *et al.* (2017). Une teneur en proline relativement

plus élevée (**Tableau 13**) dans GMSP3 a probablement contribué à une plus grande force de gel. Il est bien établi que la résistance du gel est liée à la stabilité du réseau de la gélatine qui diminue lorsque le nombre de résidus imino diminue dans la gélatine (**Liu et al., 2009**).

Tableau 12. Force de gel et profil de texture des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

TPA	Gélatines	Moyenne	P-value
Force (bloom)	GMSP3	204,91±0,00	0,001
	GMSP5	130,85±0,00	
Dureté	GMSP3	22,70±0,00	0,001
	GMSP5	16,46±0,00	
Adhésivité	GMSP3	-20,68±0,00	0,001
	GMSP5	-56,19±0,00	
Élasticité	GMSP3	0,95±0,00	0,001
	GMSP5	0,91±0,01	
Cohésivité	GMSP3	0,87±0,01	0,001
	GMSP5	0,74±0,00	
Gumminess	GMSP3	201,27±0,02	0,001
	GMSP5	122,32±0,01	
Mâchabilité	GMSP3	191,24±0,00	0,001
	GMSP5	110,91±0,00	
Résilience	GMSP3	0,88±0,00	0,001
	GMSP5	0,61±0,00	

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

* Niveau de signification $\alpha=0,05$, test T sur échantillons appariés.

2.4. Propriété thermique

La caractérisation du comportement thermique est importante pour estimer la température à laquelle la gélatine se dénature en raison du dépliement lors de l'absorption de chaleur. L'analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) fournit des informations précieuses sur la température de transition vitreuse, l'enthalpie de fusion et la capacité thermique (**Hosseini et al., 2013**). Les thermogrammes DSC présentés dans la figure 20 illustrent des comportements thermiques différents entre GMSP3 et GMSP5. Plus précisément, les courbes DSC révèlent que

les deux gélatines ont subi une température de transition vitreuse (T_g) de $26,97^\circ\text{C}$ et $-11,81^\circ\text{C}$, respectivement. **Hosseini et al. (2013)** ont rapporté que les gélatines présentant des températures de transition vitreuse plus élevées offrent une plus grande résistance aux environnements à haute température. La transition vitreuse est suivie de deux pics endothermiques à $70,95^\circ\text{C}$ et $159,42^\circ\text{C}$ pour GMSP3, et de quatre pics à $66,77^\circ\text{C}$, $163,21^\circ\text{C}$ et $163,48^\circ\text{C}$ pour GMSP5. Le pic endothermique qui suit directement la transition vitreuse dans les deux échantillons de gélatine suggère que ce pic doit être dû à une transition hélice-boucle d'une fraction de la gélatine (**Sobral et Habitante, 2001**). Conformément à **Rahman et al. (2008)**, le pic observé après la transition vitreuse sur le thermogramme peut résulter de la transformation de la gélatine de l'état vitreux à l'état caoutchouteux. En ce qui concerne la différence de T_g et d'enthalpie de fusion (ΔH_f), qui était plus élevée pour GMSP3 ($2,68 \text{ J/g}$) que pour GMSP5 ($1,72 \text{ J/g}$), il en ressort que GMSP3 présente une plus grande stabilité thermique que GMSP5. Cela peut être attribué à une teneur en cendres plus faible dans GMSP3 (**Saenmuang et al., 2020**). Les pics de température à $159,42^\circ\text{C}$ et $163,21^\circ\text{C}$ pour GMSP3 et GMSP5, respectivement, sont liés au processus de dégradation des gélatines résultant de la rupture des liaisons peptidiques (**Hosseini et al., 2013**).

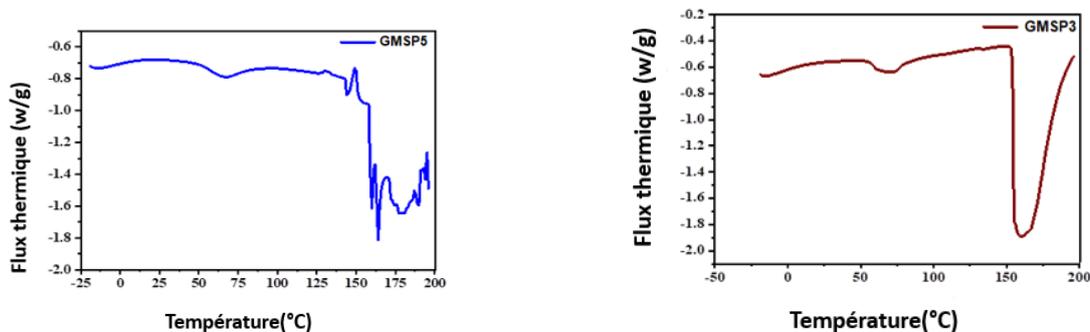


Figure 20. Thermogramme DSC des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

2.5. Profil spectral

La spectroscopie IRTF utilise des ondes infrarouges pour analyser la composition chimique et les liaisons responsables de la stabilisation structurelle et fonctionnelle de la gélatine. Elle est couramment utilisée pour déterminer la structure et la pureté des molécules de gélatine en étudiant les vibrations des groupes de liaisons (**Nandiyanto et al., 2019**). La figure 21 illustre les spectres IRTF des gélatines GMSP3 et GMSP5, extraites respectivement après un

prétraitement du collagène avec 3 % et 5 % d'acide acétique. Les deux spectres présentent des pics importants dans les régions amides. Parmi les cinq principales bandes caractéristiques identifiées (Amide I, II, III, A et B), Amide I et Amide II sont particulièrement importantes car elles sont associées à la structure secondaire de la protéine (Almeida et Lannes, 2013).

Il convient de noter que les hauteurs d'ondes et les intensités de la zone amide de la gélatine extraite des pattes de poulet (Widyasari et Rawdkuen, 2014 ; Chakka et al., 2017 ; Fatima et al., 2022) ou des têtes (Ee et al., 2021) diffèrent sensiblement de celles de la présente étude. Cette observation pourrait s'expliquer par des variations au niveau de la matière première et même du protocole expérimental utilisé pour l'extraction de la gélatine. La vibration de l'amide I, qui est absorbée à $1630,89 \text{ cm}^{-1}$ dans le spectre GMSP3 et à $1647,01 \text{ cm}^{-1}$ dans le GMSP5, est attribuée à la vibration d'étirement C=O, avec une contribution mineure de la bande de déformation N-H due au mouvement de torsion et à la vibration d'étirement C-N déphasée. L'amide II présente des fréquences plus basses, autour de $1559,44 \text{ cm}^{-1}$ pour GMSP3 et $1405,48 \text{ cm}^{-1}$ pour GMSP5. Cette bande est liée aux vibrations d'étirement combinées des liaisons C-N et N-H du squelette de la protéine, avec des contributions mineures de la courbure C=O dans le plan.

La légère différence de nombre d'ondes entre GMSP3 et GMSP5 pourrait indiquer une divergence dans la structure ou la composition de la protéine, potentiellement influencée par les différentes concentrations d'acide acétique utilisées lors du prétraitement du collagène. La présence de la liaison C-H, correspondant à l'amide III, est mise en évidence par l'apparition du pic à $1243,39 \text{ cm}^{-1}$ pour GMSP3 et à $1258,93 \text{ cm}^{-1}$ pour GMSP5. Ce résultat suggère que les deux gélatines présentent une structure désordonnée associée à la perte de la triple hélice. Une liaison hydrogène relie le pic large dans la gamme de fréquences $3100\text{-}3500 \text{ cm}^{-1}$ (Amide A) à la bande d'étirement N-H. De plus, deux épaulements d'intensité plus faible sont observés dans la bande d'étirement N-H. En outre, deux épaulements de moindre intensité sont détectés pour GMSP5 à $2926,57 \text{ cm}^{-1}$ et $2848,46 \text{ cm}^{-1}$ (Amide B), correspondant à des C-H aliphatiques asymétriques et symétriques ainsi qu'à la bande d'étirement de N-H avec une liaison hydrogène faible par rapport à l'amide A.

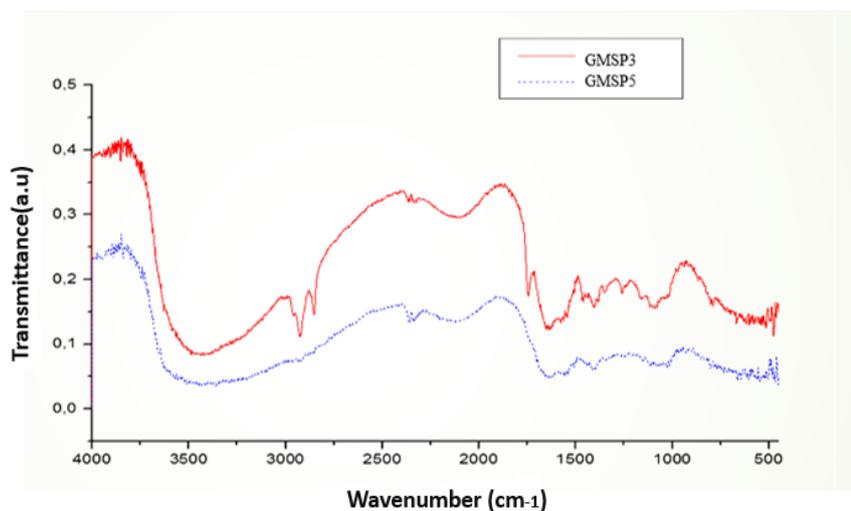


Figure 6. Spectres IRTF représentatifs des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

2.6. Profil protéique

Le profil protéique de la gélatine obtenue à partir du mélange de sous-produits de poulet a été analysé par électrophorèse pour déterminer la distribution des poids moléculaires (**Figure 22**). Les profils électrophorétiques des gélatines GMSP3 et GMSP5 étaient similaires et présentaient les caractéristiques typiques des gélatines de type I, qui contiennent trois bandes principales correspondant à deux chaînes α ($\alpha 1$ supérieure et $\alpha 2$ inférieure) et un dimère de leurs chaînes réticulées appelé chaîne β (**Du et al., 2013**). Néanmoins, le poids moléculaire et l'intensité des bandes principales, en particulier celles des chaînes $\alpha 1$ et $\alpha 2$, respectivement d'environ 156 et 130 kDa étaient relativement plus élevés pour la gélatine GMSP3, tandis que pour la gélatine GMSP5, les chaînes $\alpha 1$ et $\alpha 2$ avaient un poids moléculaire estimé à 137,10 et 82,60 kDa, respectivement. Selon **Gomez-Guillen et al. (2002)**, les gélatines avec une teneur plus élevée en chaînes α présentent des propriétés fonctionnelles supérieures. Ces résultats confirment les conclusions précédentes démontrant la meilleure qualité de la gélatine GMSP3.

Une bande de peptide de 250 kDa correspondant à la chaîne γ était clairement détectée dans la gélatine GMSP3. Cela suggère que le prétraitement du collagène avec 3 % d'acide acétique était plus avantageux pour extraire une gélatine présentant une meilleure stabilité moléculaire. Cette chaîne n'a pas été décelée dans la gélatine extraite à partir de pattes de poulet (**Liu et al., 2001 ; Widyasari et Rawdkuen, 2014**) ou de la tête (**Du et al., 2013 ; Ee et al., 2019**).

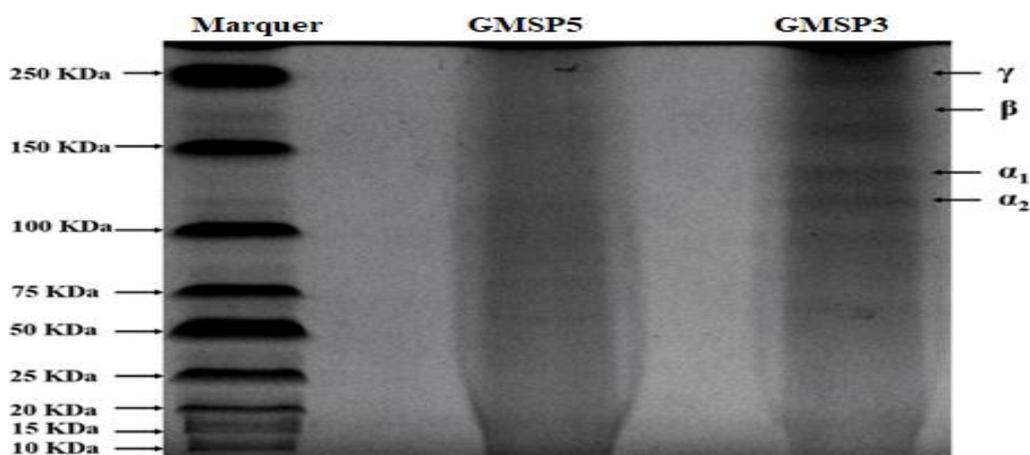


Figure 7. Profils électrophorétiques des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

2.7. Microstructure

Les images de microscopie électronique à balayage (MEB) des deux échantillons de gélatine en poudre (**Figure 23**) ont révélé que l'augmentation de la concentration d'acide acétique affecte significativement les particules de gélatine extraites à l'échelle nanométrique. La concentration en acide acétique semble avoir un impact significatif sur les surfaces des particules de gélatine extraites à l'échelle nanométrique. La gélatine GMSP3 extraite après un prétraitement au collagène à 3 % d'acide acétique présentait une taille de particule plus grande avec une surface plus lisse et plus uniforme (**Figure 23 A1-A4**), tandis que la GMSP5 extraite à une concentration plus élevée (5 %) avait une taille de particule plus petite avec une surface mousseuse (**Figure 23 B1-B4**). L'acide acétique semble avoir altéré la structure du collagène pendant le prétraitement, ce qui a entraîné une réduction de la taille des particules de gélatine GMSP5, probablement en clivant les liaisons peptidiques pendant le processus de gonflement (Cao et al., 2020). Cela a affaibli la résistance de la gélatine GMSP5 ainsi que ses propriétés texturales.

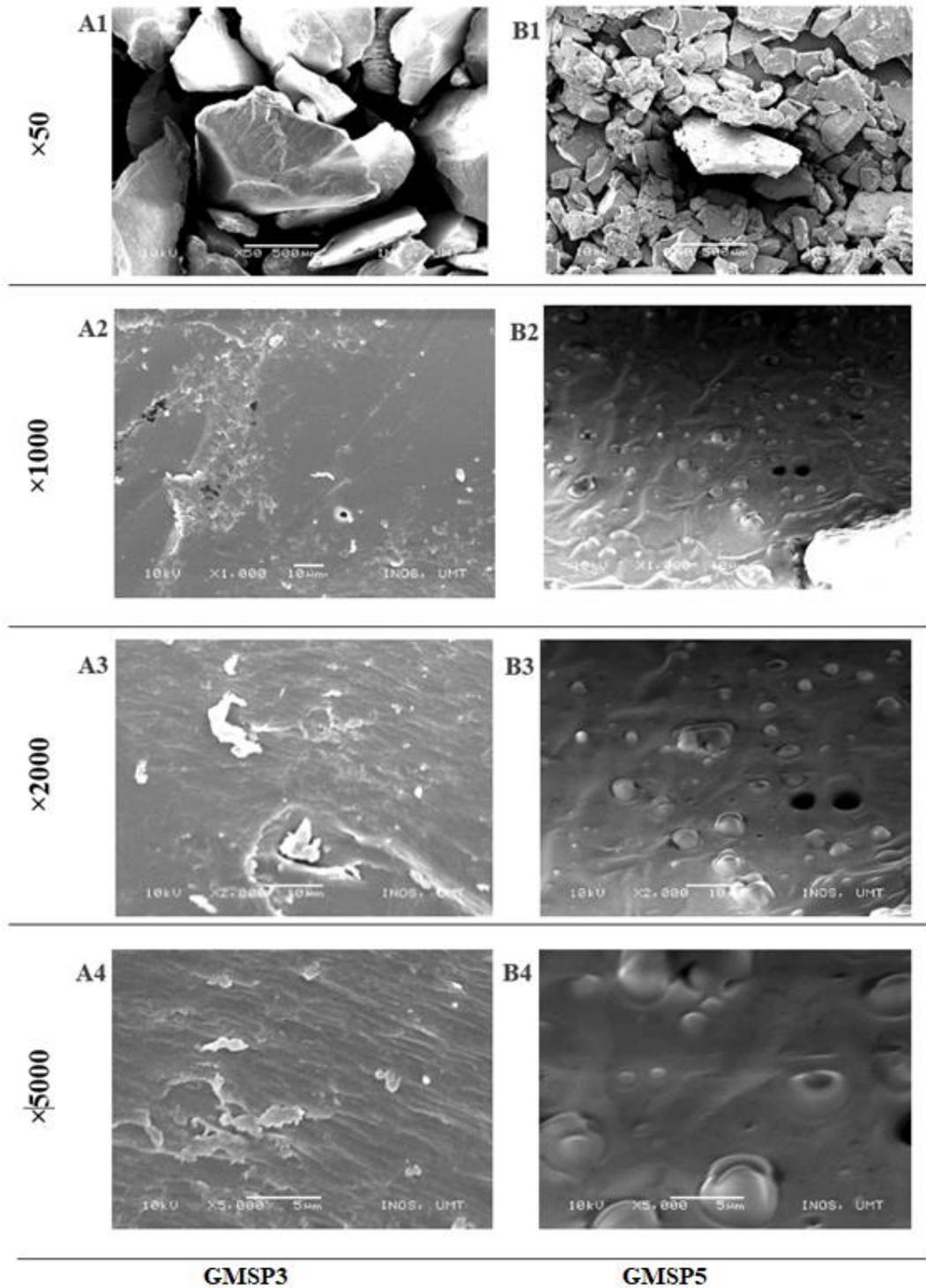


Figure 23. Microscopie électronique à balayage du gel des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

2.8. Microstructure de gel

La figure 24 représente les microstructures des gels de gélatine obtenus à partir d'un mélange de sous-produits de poulet prétraité avec différentes concentrations d'acide acétique. Le gel de gélatine GMSP5 présentait une structure plus grossière avec des espaces vides plus grands, tandis que le gel de gélatine GMSP3 présentait de nombreux petits trous réticulés et des réseaux plus denses, indiquant une structure de gel plus homogène (**Ahmad et Benjakul, 2011**). Selon **Wangtueai et al. (2010)** et **Nandiyanto et al. (2019)**, les gélatines avec un réseau de gel plus fin et plus dense présentent une résistance plus élevée. Ce résultat est cohérent avec la résistance plus élevée du gel de gélatine GMSP3 et son meilleur profil textural.

Conformément à d'autres études, la présence d'une structure homogène de pores microscopiques dans la matrice de gel de gélatine est liée à une capacité d'absorption d'eau plus élevée de la gélatine (**Kittiphattanabawon et al. 2010 ; Du et al. 2013 ; Erge et Zorba 2018**). De plus, la structure homogène de la gélatine GMSP3 pourrait indiquer une durabilité accrue de son gel.

Enfin, les résultats de la microscopie électronique à balayage (MEB) étaient en conformité avec les analyses de la résistance au Bloom et du comportement en termes d'analyse de texture et d'HPLC des acides aminés, dans lesquelles les gélatines obtenues à partir du mélange de sous-produits avicoles et extraites à une concentration de 3 % d'acide acétique ont montré de meilleures propriétés rhéologiques et texturales, ce qui a été confirmé par la présence de quantités plus élevées de chaînes de poids moléculaire élevé dans leurs structures protéiques (**Figure 22**).

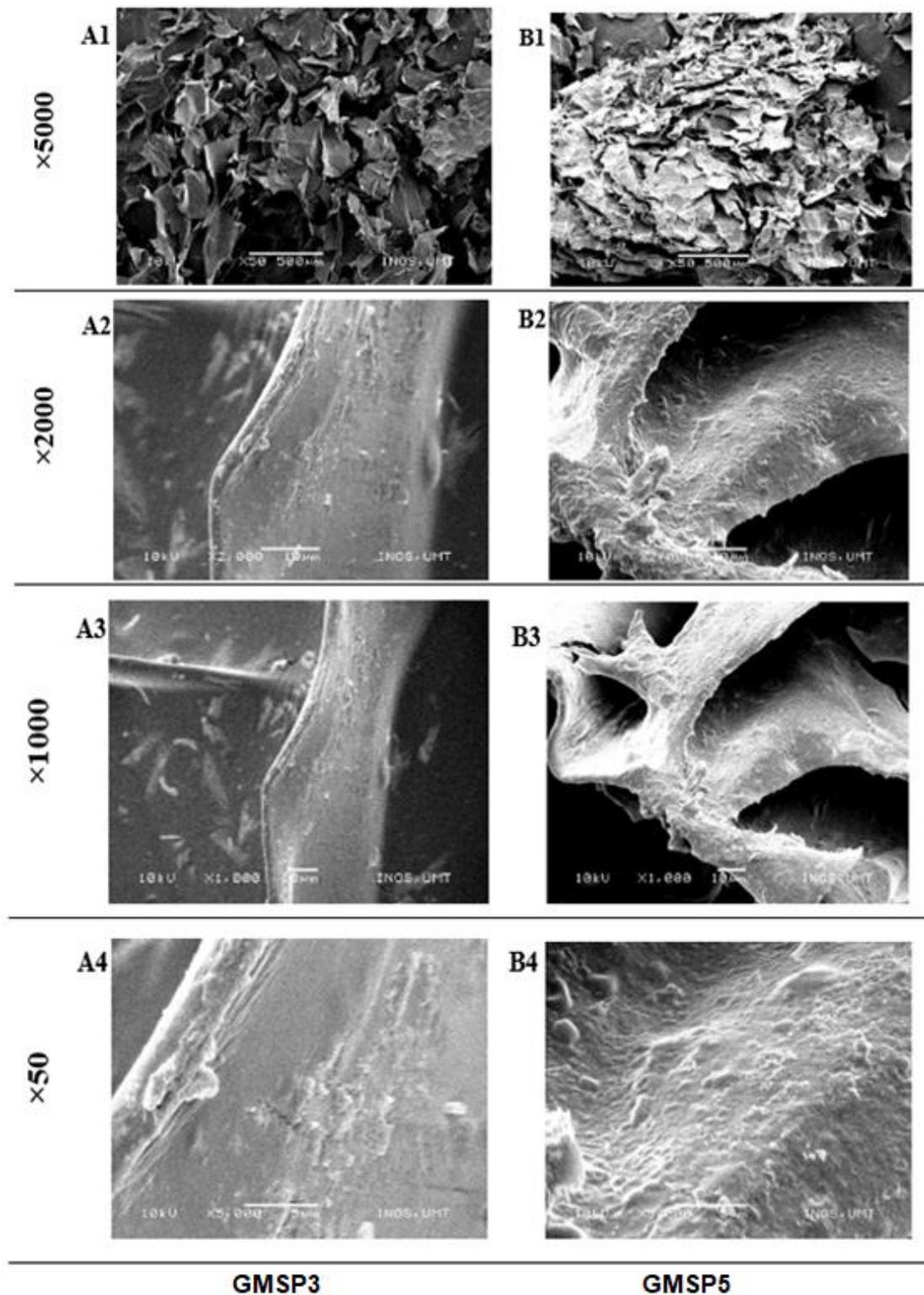


Figure 8. Microscopie électronique à balayage du gel des gélatines extraites du mélange de sous-produits de poulet (têtes-pattes).

GMSP3 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.
GMSP5 : gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet traité avec 3 % d'acide acétique.

2.9. Qualité microbiologique de la gélatine GMSP3

Les résultats de l'analyse microbiologique de la gélatine GMSP3 exprimés dans le Tableau 14 reflètent une qualité microbiologique très satisfaisante selon la norme de JORA (2017). L'obtention de ces bons résultats est due au respect de la chaîne du froid depuis l'obtention de la matière première jusqu'à la fin de l'extraction. Les résultats microbiologiques de la gélatine montrent que la flore totale est inférieure à la norme (**Tableau 15**), cela signifie que la quantité de bactéries totales dans l'échantillon est faible et acceptable selon les normes établies.

Les coliformes totaux, les coliformes fécaux, les spores des germes anaérobies sulfite-réducteurs dont *Clostridium perfringens*, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella* étaient absents de l'échantillon de gélatine. Cela signifie que l'échantillon est exempt de ces bactéries dangereuses pour la santé. Pour obtenir une telle qualité microbiologique, des méthodes de préparation appropriées ont été utilisées pour minimiser la contamination bactérienne tel que l'utilisation de microfiltre de 0,44 µm. Les échantillons ont également été bien conservés dans des boîtes stériles et hermétiques.

Tableau 1. Qualité microbiologique de la gélatine GMSP3.

Flores recherchées	Résultats	Norme (JORA, 2017)
Flore totale	$2,7 \times 10^2 \pm 50$ UFC/g	$< 10^4$ /g
Coliformes totaux	Absence	Absence/g
Coliformes thermotolérants	Absence	Absence/10 g
Spores des bactéries anaérobies sulfite-réducteurs	0	< 10 /g
<i>Clostridium perfringens</i>	Absence	Absence/g
<i>Staphylococcus aureus</i>	Absence	Absence/g
<i>Salmonella</i>	Absence	Absence/25 g

2.10. Etude Techno-économique

Le coût total de revient pour 1 kg de gélatine pure par la méthode du casting direct est de 2021 DA (**Tableau 16**). Le prix de vente usine proposé est de 2100 DA/kg. Le prix d'importation de la gélatine d'origine bovine varie généralement de 7000 DA à 12 000 DA pour 1 kg de gélatine. Cela représente une différence d'environ 4 979 DA à 9 979 DA entre le coût de production et le prix d'importation, ce qui indique une marge bénéficiaire potentielle importante. Cela signifie que le prix de vente de la gélatine produite à partir du mélange des

importante. Cela signifie que le prix de vente de la gélatine produite à partir du mélange des sous-produits avicoles est environ 70% inférieur au prix d'importation de la gélatine d'origine bovine à usage culinaire.

Tableau 14. Coût de production de 1 kg de gélatine pure.

Catégorie de coûts	Coût en DA
Matières premières	1341
Coûts énergétiques	130
Utilitaires	550

Il est important de noter que les coûts peuvent varier en fonction de facteurs tels que les fluctuations des prix des matières premières et des services, ainsi que des coûts d'exploitation supplémentaires tels que les coûts d'entretien et de réparation des équipements de production.

2.11. Qualité physico-chimique

➤ pH

Les résultats de pH des différentes crèmes desserts préparées sont présentés dans le Tableau 17.

Tableau 15. Valeurs du pH des différents échantillons de crème dessert au chocolat.

Échantillons	CDC	CDG 3,5 ‰	CDG 4,5 ‰	CDG 5 ‰
pH	6,50± 0,20	6,29±0,35	5,99±0,14	5,83±0,54

CDC : crème dessert au chocolat contrôle (à base de carraghénane).

CDG 3,5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 3,5 ‰ en gélatine.

CDG 4,5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 4,5 ‰ en gélatine.

CDG 5‰: crème dessert au chocolat avec une concentration de 5 ‰ en gélatine.

Les résultats indiquent que la substitution du carraghénane par de gélatine dans la crème dessert au chocolat entraîne une légère diminution du pH. La variation de la concentration de gélatine semble également avoir un effet sur le pH, avec une diminution plus importante observée pour la crème dessert au chocolat contenant 4,5 ‰ et 5 ‰ de gélatine par rapport à celle contenant 3,5 ‰ de gélatine. La légère diminution du pH observée lors de la substitution du carraghénane par de la gélatine dans la crème dessert au chocolat peut être expliquée par le caractère acide de la gélatine extraite mais également par les propriétés intrinsèques de la gélatine. En effet, la gélatine est dérivée de protéines animales, et elle peut contenir des acides aminés susceptibles de libérer des ions H⁺ dans la solution, contribuant ainsi à une légère acidification du milieu (Schrieber et Gareis, 2007). Cette acidification accrue pourrait être

amplifiée avec des concentrations plus élevées de gélatine, expliquant ainsi la diminution plus importante du pH dans les échantillons de crème dessert au chocolat contenant 4,5 ‰ et 5 ‰ de gélatine par rapport à ceux contenant 3,5 ‰ de gélatine. Le pH de la crème dessert contenant 3,5 ‰ de gélatine se rapproche des plages de pH spécifiées pour la crème dessert commerciale de l'entreprise Hadna, qui se situent entre 6,40 et 6,50.

➤ Viscosité

Les échantillons contenant de la gélatine présentent une viscosité plus élevée alors que la crème dessert au chocolat témoin « commerciale », qui ne contient pas de gélatine, a la viscosité la plus faible. Une augmentation progressive de la viscosité est corrélée à l'augmentation du taux d'incorporation de la gélatine dans la crème dessert (**Tableau 18**).

Tableau 16. Viscosité des différents échantillons de crème dessert au chocolat.

Échantillons	CDC	CDG 3,5‰	CDG 4,5 ‰	CDG 5 ‰
Viscosité (mPa.s)	339,93±0,17	342,29±0,76	383,15±0,46	451,71±0,76

CDC : crème dessert au chocolat contrôle (à base de carraghénane).

CDG 3,5‰: crème dessert au chocolat avec une concentration de 3,5 ‰ en gélatine.

CDG 4,5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 4,5 ‰ en gélatine.

CDG 5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 5 ‰ en gélatine.

Les résultats mettent en évidence le rôle significatif de la gélatine dans la viscosité des crèmes dessert au chocolat. Une concentration plus élevée de gélatine est associée à une viscosité accrue, ce qui concorde avec les conclusions de l'étude menée par **Arioui et al. (2017)**. Cette constatation ouvre ainsi la possibilité de personnaliser la texture des produits pour répondre aux préférences des consommateurs.

2.12. Qualité microbiologique des crèmes desserts au chocolat

Le Tableau 19 présente les résultats des analyses microbiologiques des quatre crèmes desserts.

Tableau 17. Qualité microbiologique des crèmes desserts au chocolat.

Flore recherchée	Résultats	Norme (JORA, 1998)
Flore total aérobie mésophile (FTAM)	0	10 ²
Coliformes fécaux	0	1
Staphylocoques	0	3,10 ²
Salmonelles	Absence	Absence

Pour un échantillon de crème dessert stocké à 10 °C, l'absence de FTAM est conforme à la norme établie par la réglementation algérienne, qui exige une concentration inférieure à 10² UFC/ml (**Journal officiel de la République algérienne N°35, 1998**). L'absence totale de la microflore recherchée dans la crème dessert au chocolat indique que les équipements utilisés, la matière première et l'hygiène du personnel impliqué dans la production ont été de haute qualité. Cela reflète également l'efficacité de la méthode de pasteurisation appliquée, qui joue un rôle essentiel dans la préservation de la qualité microbiologique du produit final.

La recherche des entérobactéries et des coliformes et des Staphylocoques permet d'évaluer la qualité microbiologique de la matière première, des eaux de rinçage ainsi que l'hygiène et l'efficacité des procédures de désinfection mises en place lors de la production. L'absence totale de ces bactéries dans les différentes préparations de crème dessert témoigne d'une bonne qualité microbiologique de la matière première et des différentes étapes de production. Ces résultats sont conformes à la norme établie par la réglementation algérienne (**JORA, 1998**).

Les salmonelles sont connues pour être peu résistantes à la chaleur, car elles sont rapidement éliminées lorsque la température dépasse 70 °C, comme c'est généralement le cas lors du processus de pasteurisation utilisé dans l'industrie agroalimentaire (**ANSES, 2011**). C'est pourquoi il est compréhensible que le produit ayant subi une stérilisation à 130 °C soit exempt de ces bactéries pathogènes.

2.13. Évaluation sensorielle des crèmes desserts au chocolat

Les scores de l'évaluation sensorielle des crèmes desserts au chocolat préparées avec la gélatine GMSP3 à différents pourcentages d'incorporation, c'est-à-dire 3,5 ‰, 4,5 ‰ et 5‰, sont reportés dans le tableau 19. La crème dessert au chocolat préparée avec 4,5 ‰ de gélatine (CDG 4,5‰) et le contrôle (CDC) n'ont montré aucune différence ($p > 0,05$) dans les scores pour le goût, l'arôme, la texture et l'acceptabilité globale. Cependant, en termes d'apparence, les dégustateurs ont attribué une note plus élevée au CDG 4,5 ‰ qu'au CDC. De même, **Zare et Lashkari (2019)** ont constaté que le dessert lacté aromatisé à base de concentré de jus de raisin le plus acceptable était celui produit avec 4,36 % de gélatine. La crème dessert au chocolat préparée avec le taux le plus élevé en gélatine (CDG 5‰) n'a pas été appréciée par les dégustateurs où tous les attributs sensoriels étaient sous le score de 5. Il semble qu'une concentration plus élevée en gélatine (>4,5‰) ait entraîné une texture plus compacte de la crème dessert au chocolat modifiant ainsi son apparence et sa sensation en bouche par rapport aux autres (**Figure 25**).

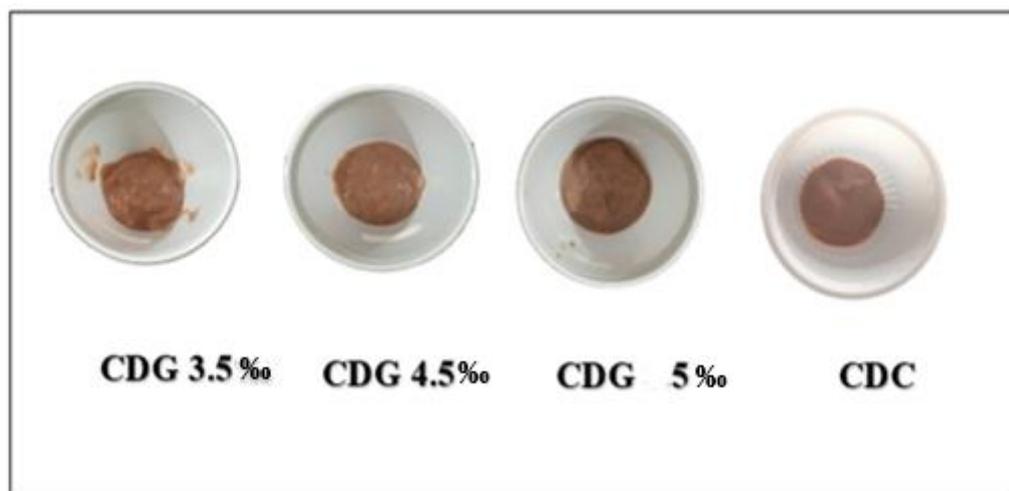


Figure 25. Analyse sensorielle de crème dessert (Photo originale).

CDC : crème dessert au chocolat contrôle (à base de carraghénane).

CDG 3,5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 3,5 % en gélatine.

CDG 4,5 ‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 4,5 % en gélatine.

CDG 5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 5 % en gélatine.

Tableau 18. Évaluation sensorielle des crèmes desserts au chocolat préparées avec de la gélatine GMSP3 à différentes proportions d'incorporation (moyenne \pm ET).

Type	Apparence	Arôme	Texture	Goût	Acceptabilité
CDC	6,67 \pm 0,34 ^b	7,02 \pm 0,27 ^{ab}	6,87 \pm 0,31 ^{ab}	7,44 \pm 0,27 ^a	7,33 \pm 0,29 ^a
CDG 3,5‰	6,09 \pm 0,15 ^b	6,49 \pm 0,17 ^b	6,2 \pm 0,18 ^b	6,09 \pm 0,20 ^b	6,24 \pm 0,19 ^b
CDG 4,5 ‰	7,42 \pm 0,09 ^a	7,42 \pm 0,10 ^a	7,31 \pm 0,15 ^a	7,64 \pm 0,16 ^a	7,73 \pm 0,15 ^a
CDG 5 ‰	4,60 \pm 0,27 ^c	4,20 \pm 0,22 ^c	4,29 \pm 0,31 ^c	3,44 \pm 0,31 ^c	3,40 \pm 0,30 ^c
LSD	0,66	0,56	0,69	0,68	0,68

CDC : crème dessert au chocolat contrôle (à base de carraghénane).

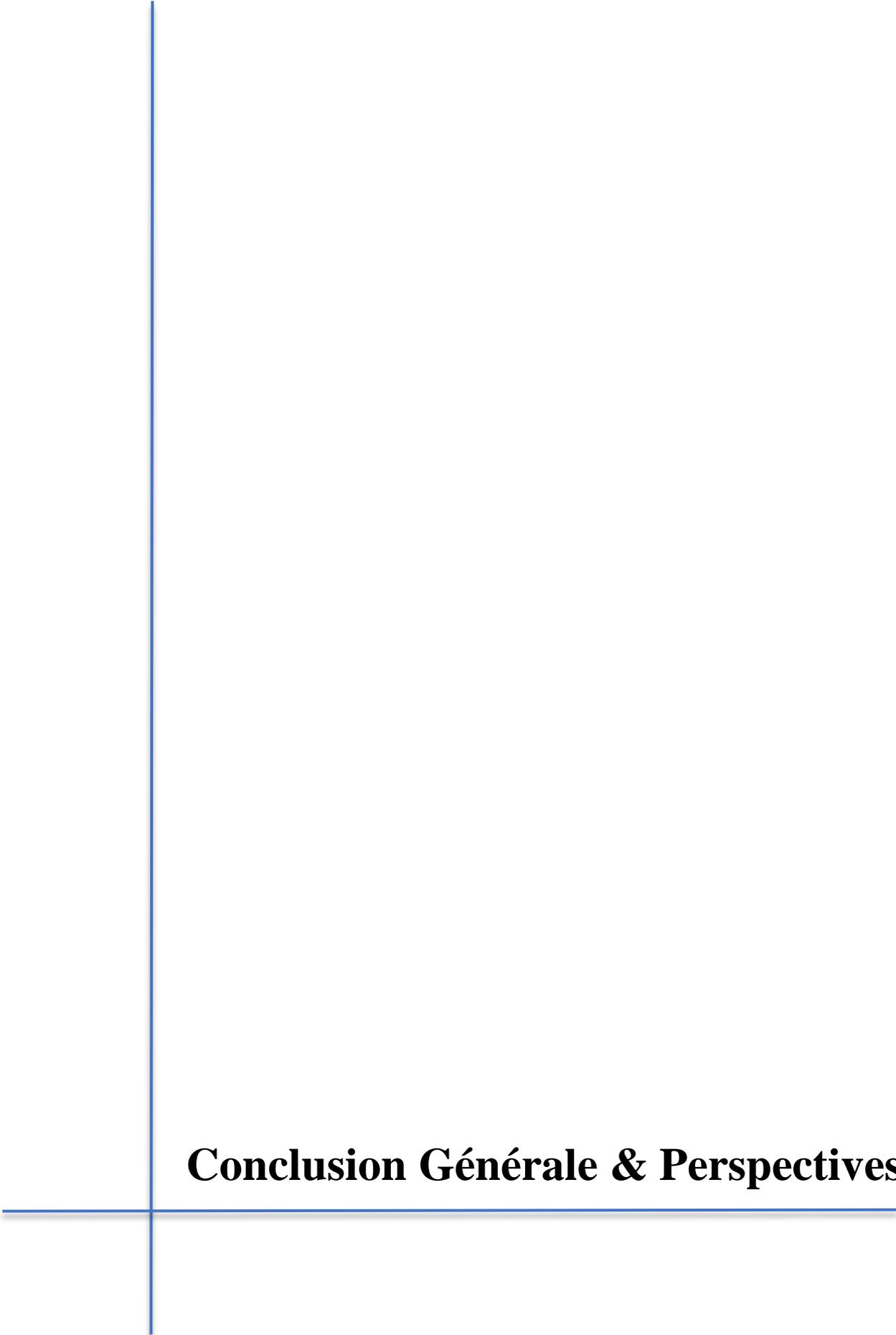
CDG 3,5‰: crème dessert au chocolat avec une concentration de 3,5 % en gélatine.

CDG 4,5 ‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 4,5 % en gélatine.

CDG 5‰ : crème dessert au chocolat avec une concentration de 5 % en gélatine.

Conclusion

Cette étude démontre que l'extraction de la gélatine à partir d'un mélange de têtes et de pattes de poulets, des sous-produits de l'industrie avicole, présente des propriétés prometteuses notamment pour l'industrie alimentaire. L'extraction de la gélatine à 75°C pendant 6 h après un prétraitement avec de l'acide acétique à 3 % a permis d'obtenir une gélatine présentant des caractéristiques supérieures en termes de profil textural, de force de gel et de teneur en cendres acceptable par rapport à celle extraite dans les mêmes conditions après un prétraitement acide à 5 %. La caractérisation structurale de cette gélatine (GMSP3) issue du mélange de résidus de poulet offre des perspectives précieuses pour des applications potentielles dans les secteurs alimentaire et pharmaceutique. L'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) a révélé que cette gélatine formait un réseau poreux, et l'utilisation d'un faible pourcentage d'acide acétique produisait des particules de plus grande taille avec une surface plus lisse et uniforme améliorant ainsi sa résistance à la gélification. En raison de ces avantages, cette gélatine a été choisie comme substitut du carraghénane dans la préparation d'une crème dessert au chocolat. Selon l'évaluation sensorielle, la crème dessert contenant 4,5 ‰ de cette gélatine a été préférée à la crème dessert commerciale à base de carraghénane. Par conséquent, la gélatine extraite du mélange de sous-produits de poulet têtes et pattes représente une alternative potentielle moins coûteuse au carraghénane dans la préparation de la crème dessert au chocolat, et probablement dans d'autres produits alimentaires.



Conclusion Générale & Perspectives

Conclusion générale et perspectives

Les têtes et les pattes de poulet sont des sous-produits répondus des unités d'abattage avicoles et qui représentent une source prometteuse de gélatine. Il s'agit là de la première étude se concentrant sur l'utilisation du mélange de ces sous-produits de poulet pour extraire de la gélatine. Cette étude a démontré qu'en optimisant le protocole d'extraction, il est possible d'extraire de la gélatine de haute qualité techno-fonctionnelle, rhéologique et texturale à partir d'un mélange de sous-produits (têtes et pattes) de poulet avec un rendement acceptable. Le temps et la température d'extraction ont eu un impact significatif sur le rendement ainsi que sur les propriétés physico-chimiques et rhéologiques de la gélatine produite. Cependant, il semble que c'est l'étape de prétraitement à l'acide acétique, et surtout la concentration à laquelle il a été utilisé, qui ont déterminé la qualité des gélatines extraites.

L'utilisation de l'acide acétique à 3 % a permis de produire une gélatine présentant des caractéristiques supérieures en termes de profil textural, de force de gélification et de teneur en cendres acceptable. Cette gélatine pourrait être utilisée comme source alternative aux gélatines d'origine mammalienne dans les préparations alimentaires. D'ailleurs, les propriétés de la gélatine extraite aux conditions optimales ont permis de préparer un bon produit lacté de type crème dessert notamment avec un taux d'incorporation de 4,5 % qui a été plus appréciée par les dégustateurs que la crème commerciale à base de carraghénane. Par conséquent, la gélatine issue du mélange de sous-produits de poulet constitue une alternative potentielle à l'additif coûteux qu'est le carraghénane dans la préparation de crèmes dessert et probablement dans d'autres produits alimentaires.

Enfin, l'utilisation conjointe des sous-produits de pattes et de têtes de poulet pourrait potentiellement réduire au minimum le tri des déchets mais également uniformiser le processus de leur transformation en une gélatine précieuse. Elle peut donc constituer une solution durable et rentable pour réutiliser conjointement des matières premières précédemment considérées comme des déchets garantissant ainsi d'importants avantages socio-économiques et environnementaux.

À l'avenir, la valorisation des sous-produits de l'abattage de volailles ne se limitera pas à la production de gélatine. Des protéines, des acides aminés, des peptides, des graisses peuvent être produits à partir de ces sous-produits et utilisés dans une variété d'applications. Par conséquent, il est essentiel de continuer à rechercher de nouvelles technologies et méthodes pour accroître l'efficacité de la production de ces produits à partir des sous-produits de l'abattage de la volaille.

Références

Bibliographiques

- Ab Rahim, H., Ahmad, H., and Ab Rahim, M.H. (2021).** Extraction of Gelatin from Different Parts of Gallus Gallus Domesticus. *Current Science and Technology*, 1(1), 50–55.
- Abdullah, M. S. P., Noordin, M. I., Ismail, S., Mustapha, N., Jasamai, M., Danik, M. F., Ahmad, W., and Shamsuddin, A. (2018).** Recent Advances in the Use of Animal-Sourced Gelatine as Natural Polymers for Food, Cosmetics and Pharmaceutical Applications. *Sains Malaysiana*, 45. <https://doi.org/10.17576/jsm-2018-4702-15>
- Abedinia, A., Mohammadi Nafchi, A., Sharifi, M., Ghalambor, P., Oladzadabbasabadi, N., Ariffin, F., and Huda, N. (2020).** Poultry gelatin: Characteristics, developments, challenges, and future outlooks as a sustainable alternative for mammalian gelatin. *Trends in Food Science & Technology*, 104, 14-26. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.08.022>
- Ahmed, D. I., Kasolang, S., Khidhir, B. A., and Abdullah, N. R. (2013).** Application of Response Surface Methodology to Predict Oil-Film Friction in Journal Bearing. *Applied Mechanics and Materials*, 393, 931–937. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.393.931>
- Ahmad, M., and Benjakul, S. (2011).** Characteristics of gelatin from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*) as influenced by acid pretreatment and extraction time. *Food Hydrocolloids*, 25, 381-388. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.07.004>.
- Ahmed Gaid, K. (2018).** Valorisation de sous-produits d’abattoir en vue de leur utilisation comme substrats pour la formulation de milieux de culture pour certains lactobacilles.
- Aidat, O., Belkacemi, L., Belalia, M., Zainol, M. K., and Barhoum, H. S. (2023).** Physicochemical, rheological, and textural properties of gelatin extracted from chicken byproducts (feet-heads) blend and application. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 32, 100708. <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2023.100708>.
- Aksun Tümerkan, E.T., Cansu, Ü., Boran, G., Regenstein, J. M., and Özoğul, F. (2019).** Physicochemical and functional properties of gelatin obtained from tuna, frog and chicken skins. *Food Chemistry*, 287, 273–279. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.02.088>
- Alahyaribeik, S., Sharifi, S. D., Tabandeh, F., Honarbakhsh, S., and Ghazanfari, S. (2020).** Bioconversion of chicken feather wastes by keratinolytic bacteria. *Process Safety and Environmental Protection*, 135, 171-178. <http://dx.doi.org/10.1016/j.psep.2020.01.014>
- Alipal, J., Pu’ad, N. A. S. M., Lee, T. C., Nayan, N. H. M., Sahari, N., Basri, H., Idris, M. I., and Abdullah, H. Z. (2021).** A review of gelatin: Properties, sources, process, applications, and commercialisation. *Materials Today: Proceedings*, 42, 240–250. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.922>

- Alfaro, A., Balbinot, E., Weber, C., Tonial, I., and Machado, A. (2014).** Fish gelatin: Characteristics, functional properties, applications and future potentials. *Food Engineering Reviews*, 7(1), 33-44.
- Allen, T. T. (2010).** Introduction to Engineering Statistics and Lean Sigma, 2nd ed. Volume 572. Springer: Londres, Royaume-Uni.
- Alman-Abad, Z.S., Pirkharrati, H., Asadzadeh, F., and Maleki-Kakelar, M. (2020).** Application of response surface methodology for optimization of zinc elimination from a polluted soil using tartaric acid. *Adsorption Science & Technology*, 38(3-4), 79-93. <https://doi.org/10.1177/0263617420916592>
- Almeida, P.F., and Lannes, S.C. (2013).** Extraction and Physicochemical Characterization of Gelatin from Chicken By-Product. *Journal of Food Process Engineering*, 36, 824-833.
- Anderson, M. J., and Whitcomb, P. J. (2010).** Design of Experiments. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 1, 1–22.
- ANSES, (2011).** Salmonella spp. Fiche de description de danger biologique transmissible par les aliments.
- Antony, J. (2004).** A Systematic Methodology for Design of Experiments (pp. 29–43). <https://doi.org/10.1016/B978-075064709-0/50005-3>
- AOAC International. (1995).** Official Methods of Analysis of AOAC International.
- AOAC International. (2000).** Official Methods of Analysis of AOAC International, 17th Edition 2 volume set | Sigma-Aldrich. <http://www.sigmaaldrich.com>
- Araújo, Í. B. da S., Bezerra, T. K. A., Nascimento, E. S. do, Gadelha, C. A. de A., Santi Gadelha, T., and Madruga, M. S. (2018).** Optimal conditions for obtaining collagen from chicken feet and its characterization. *Food Science and Technology*, 38, 167–173. <https://doi.org/10.1590/fst.27517>
- Areny, P. (2011).** Calcul d'un modèle enveloppe pour la simulation d'essais de structures aéronautiques en compression.
- Arioui, F., Ait Saada, D. and Cheriguene, A. (2017).** Functional Properties of Bovine Bone Gelatin and Impact on Physicochemical, Microbiological and Organoleptic Quality of Set Yogurt. *Biotechnology (Faisalabad)*, 17(1), 1–11. <http://dx.doi.org/10.3923/biotech.2018.1.11>
- Arteaga, G. E., Li-Chan, E., Vazquez-Arteaga, M. C. and Nakai, S. (1994).** Systematic experimental designs for product formula optimization. *Trends in Food Science and Technology* 5: 243–254.

Astakhov, V. (2012). Design of Experiment Methods in Manufacturing: Basics and Practical Applications. https://doi.org/10.1007/978-3-642-25859-6_1

Brandelli, A., Sala, L., and Kalil, S. (2015). Microbial enzymes for bioconversion of poultry waste into added-value products. *Food Research International*, 73, <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2015.01.015>

Bravo, F. I., Calvo, E., López-Villalba, R. A., Torres-Fuentes, C., Muguerza, B., García-Ruiz, A., and Morales, D. (2023). Valorization of Chicken Slaughterhouse Byproducts to Obtain Antihypertensive Peptides. *Nutrients*, 15(2), Article 2. <https://doi.org/10.3390/nu15020457>

Calvarro, J., Perez-Palacios, T., and Ruiz, J. (2016). Modification of gelatin functionality for culinary applications by using transglutaminase. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 5–6, 27–32. <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2016.11.001>

Carley, K. M., Kamneva, N. Y., and Reminga, J. (2004). Response surface methodology. In CASOS Technical Report; Institute for Software Research International, School of Computer Science, Carnegie Mellon University: Pittsburgh, PA, USA; CASOS—Center for Computational Analysis of Social and Organizational Systems: Pittsburgh, PA, USA. <http://www.casos.cs.cmu.edu/CMU-ISR-04-136>

Chakka, A. K., Muhammed, A.M., Sakhare, P. Z., and Bhaskar, N. (2017). Poultry Processing Waste as an Alternative Source for Mammalian Gelatin: Extraction and Characterization of Gelatin from Chicken Feet Using Food Grade Acids. *Waste and Biomass Valorization*, 8(8), 2583–2593. <https://doi.org/10.1007/s12649-016-9756-1>

Chandra, M. V., and Shamasundar, B. A. (2015). Texture Profile Analysis and Functional Properties of Gelatin from the Skin of Three Species of Fresh Water Fish. *International Journal of Food Properties*, 18(3), 572–584. <https://doi.org/10.1080/10942912.2013.845787>

Choe, J. and Kim, H.Y. (2018). Effects of Chicken Feet Gelatin Extracted at Different Temperatures and Wheat Fiber with Different Particle Sizes on the Physicochemical Properties of Gels. *Poultry Science*, 97(3), 1082–1088. <https://doi.org/10.3382/ps/pex377>

Choobkar, N., Daraei Garmakhany, A., Aghajani, A. R., and Ataee, M. (2022). Response surface optimization of pudding formulation containing fish gelatin and clove (*Syzygium aromaticum*) and cinnamon (*Cinnamomum verum*) powder: Effect on color, physicochemical, and sensory attributes of the final pudding product. *Food Science & Nutrition*, 10(4), 1257–1274. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2761>

- Clément, B. (2000).** Conception robuste : Les concepts et la méthodologie de Taguchi dans le design de produits. PhD Thesis, École Polytechnique de Montréal.
- Czitrom, V. (1999).** One-factor-at-a-time versus designed experiments. *The American Statistician*, 53(2), 126-131. <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:11122328>
- Dale, N. (2009).** The utilization of fats and animal by-products in poultry feeds: Current perspectives. *World's Poultry Science Journal*, 65(02), 225-238. <https://doi.org/10.1017/S0043933909000143>
- Damodaran, S. (2006).** Protein Stabilization of Emulsions and Foams. *Journal of Food Science*, 70(2). <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:52241506>
- Dar, A., and Anuradha, N. (2017).** Use of orthogonal arrays and design of experiment via Taguchi L9 method in probability of default. *Accounting*, 4, 113-122. doi:10.5267/j.ac.2017.11.001.
- Dille, M. J., Haug, I. J., and Draget, K. I. (2021).** Chapter 34—Gelatin and collagen. In G. O. Phillips & P. A. Williams (Eds.), *Handbook of Hydrocolloids (Third Edition)* (Third Edition, pp. 1073–1097). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820104-6.00028-0>
- Djagny, K. B., Wang, Z., and Xu, S. (2001).** Gelatin: A Valuable Protein for Food and Pharmaceutical Industries: Review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 41(6), 481–492. <https://doi.org/10.1080/20014091091904>
- Du, L., Khiari, Z., Pietrasik, Z., and Betti, M. (2013).** Physicochemical and functional properties of gelatins extracted from turkey and chicken heads. *Poultry Science*, 92(9), 2463-2474. <https://doi.org/10.3382/ps.2013-03161>
- Ee, S. C., Bakar, J., Saari, N., Abas, F., and Ismail, A. (2021).** Rheological and molecular properties of chicken head gelatin as affected by combined temperature and time using warm water rendering. *International Journal of Food Properties*, 24(1), 1495–1509. <https://doi.org/10.1080/10942912.2021.1978484>
- Ee, S. C., Saari, N., Abas, F., Ismail, A., Abu Bakar, M. K., and Bakar, J. (2019).** Properties of chicken head gelatins as affected by extraction method. *International Food Research Journal*, 26(2), 499–508. <https://www.cabdirect.org/globalhealth/abstract/20193328819>
- Erge, A., and Zorba, Ö. (2018).** Optimization of gelatin extraction from chicken mechanically deboned meat residue using alkaline pre-treatment. *LWT*, 97, 205–212. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.06.057>

- Fang, H. (2019).** Number of Regional Accounting Firms and Audit Fees—Based on the Experience Data of Listed Companies in China in 2016. *American Journal of Industrial and Business Management*, 9, 592-608. <https://doi.org/10.4236/ajibm.2019.93041>.
- Fatima, S., Mir, M., Khan, M. R., Sayyed, R., Mehnaz, S., Abbas, S., et al. (2022).** The Optimization of Gelatin Extraction from Chicken Feet and the Development of Gelatin-Based Active Packaging for the Shelf-Life Extension of Fresh Grapes. *Sustainability*, 14.
- Fermin, B. C., Hahm, T. S., Radinsky, J. A., Kratochvil, R. J., Hall, J. E., and Lo, Y. M. (2006).** Effect of Proline and Glutamine on the Functional Properties of Wheat Dough in Winter Wheat Varieties. *Journal of Food Science*, 70(4), E273–E278. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.tb07183.x>
- Ferreira et al., (2007).** Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica Chimica Acta*. 597 : 179–186.
- Franke-Whittle, I. H., and Insam, H. (2013).** Treatment alternatives of slaughterhouse wastes, and their effect on the inactivation of different pathogens: A review. *Critical Reviews in Microbiology*, 39(2), 139-151.
- Frey, D. D., and Wang, H. (2006).** Adaptive one-factor-at-a-time experimentation and expected value of improvement. *Technometrics*, 48(3), 418-431.
- Friedman, H. H., Whitney, J. E., and Szczesniak, A. S. (1963).** The Texturometer A New Instrument for Objective Texture Measurement. *Journal of Food Science*, 28(4), 390–396. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1963.tb00216.x>
- Fukuda, I. M., Pinto, C. F. F., Saviano, A. M., and Lourenço, F. R. (2018).** Design of experiments (DoE) applied to pharmaceutical and analytical quality by design (QbD). *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 54(2), e17052. <https://doi.org/10.1590/s2175-97902018000217052>
- Gál, R., Mokrejš, P., Mrázek, P., Pavlačková, J., Janáčková, D., and Orsavová, J. (2020).** Chicken Heads as a Promising By-Product for Preparation of Food Gelatins. *Molecules*, 25(3), 494. <https://doi.org/10.3390/molecules25030494>
- Garrido, J. I., Lozano, J. E., and Genovese, D. B. (2015).** Effect of formulation variables on rheology, texture, colour, and acceptability of apple jelly: Modelling and optimization. *LWT - Food Science and Technology*, 62(1, Part 1), 325–332. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.07.010>
- GME. (2005).** Standard methods for the testing of edible gelatine, Gelatine Monograph. Gelatin Manufacturers of Europe.

- Gmia. (2019).** Gelatin Manufacturers Institute of America. Official Procedures of the Gelatin Manufacturers Institute of America. Standard Testing Methods for Edible Gelatin. Inc., New York, NY, USA. Revised: January.
- Gómez-Estaca, J., Bravo, L., Gomez-Guillen, M., Alemán Pérez, A., and Montero, P. (2009).** Antioxidant properties of tuna-skin and bovine-hide gelatin films induced by the addition of oregano and rosemary extracts. *Food Chemistry*, 112, 18–25. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.05.034>
- Gomez-Guillen, M., Turnay, J., Fernández-Díaz, M. D., Ulmo, N., Lizarbe, M. A., and Montero, P. (2002).** Structural and physical properties of gelatin extracted from different marine species: A comparative study. *Food Hydrocolloids*, 16, 25-34.
- Gornall A.G., Bardawill C.J., David M.M., 1948.** Determination of serum proteins by means of the biuret reaction. *Journal of Biological Chemistry*, 177 (2):751-766.
- Goupy, J. (2006).** Les plans d'expériences. *Revue MODULAD*, 34.
- Goupy, J. (2013).** Introduction aux plans d'expériences : Avec applications (5e éd.). Dunod.
- Granato, D., de Araújo Calado, V. M., and Jarvis, B. (2014).** Observations on the use of statistical methods in food science and technology. *Food Research International*, 55, 137-149. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2013.10.024>
- Guan, X. and Yao, H. 2008.** Optimization of Viscozyme L-Assisted Extraction of Oat Bran Protein Using Response Surface Methodology. *Food Chemistry* 106 (January): 345–51.
- Gudmundsson, M.T., Hafsteinsson, H., 1997.** Gelatin from cod skins as affected by chemical treatments. *J. Food Sci* 62, 37–39. <https://doi.org/10.1111/j.1365->
- Guerrah, A. (2018).** Optimisation structurelle appliquée sur le système de pivot d'irrigation. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.23691.11049>.
- Gümüş, E., and Aydin, B. (2013).** Effect of Poultry By-Product Meal on Growth Performance and Fatty Acid Composition of Carp (*Cyprinus carpio*) Fry. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 13, 827-834. DOI: 10.4194/1303-2712-v13_5_06.
- Hafetz, L., Hong, W., Tsilifonis, D.C., Taylor, A.K., and Philip, J.J. (1984).** Decrease in the rate of capsule dissolution due to formaldehyde from polysorbate 80 auto-oxidation. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 73, 1186-1187.
- Halling, P. J. (1981).** Protein-Stabilized Foams and Emulsions. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 15(2), 155-203.
- Hanani, Z. A. N. (2016).** Gelatin. In B. Caballero, P. M. Finglas, & F. Toldrá (Eds.), *Encyclopedia of Food and Health*, 191-195. Academic Press.

- He, J., Zhang, J., Xu, Y., Ma, Y., and Guo, X. (2022).** The Structural and Functional Differences between Three Species of Fish Scale Gelatin and Pigskin Gelatin. *Foods*, 11(24), 3960. <https://doi.org/10.3390/foods11243960>
- Hêdji, C. C., Gangbazo, D. N. S., Marcel, H., and Fiogbe, E. (2014).** Valorisation de *Azolla* spp, *Moringa oleifera*, son de riz, et de co-produits de volaille et de poisson en alimentation animale: synthèse bibliographique. *Journal of Applied Biosciences*, 81, 7277. <https://doi.org/10.4314/jab.v81i1.4>
- Heidari, B. S., Oliaei, E., Shayesteh, H., Davachi, S. M., Hejazi, I., Seyfi, J., Bahrami, M., and Rashedi, H. (2017).** Simulation of mechanical behavior and optimization of simulated injection molding process for PLA based antibacterial composite and nanocomposite bone screws using central composite design. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 65, 160-176. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.08.008>
- Hertz, A., and Kobler, D. (2000).** A Framework for the Description of Evolutionary Algorithms. *European Journal of Operational Research*, 126(1), 1-12.
- Hinterwaldner, R. (1977).** Technology of gelatin manufacture. In: *Science and Technology of Gelatin* (A.G. Ward and A. Courts, eds.), Academic Press London.
- Hosseini, S. F., Rezaei, M., Zandi, M., and Farahmand, F. (2013).** Preparation and functional properties of fish gelatin-chitosan blend edible films. *Food Chemistry*, 136, 1490-1495.
- Hwang, J., Kim, D.-K., Bae, J. H., Kang, S. H., Seo, K. M., Kim, B. K., and Lee, S. Y. (2012).** The Effect of Rheological Properties of Foods on Bolus Characteristics After Mastication. *Annals of Rehabilitation Medicine*, 36(6), 776. <https://doi.org/10.5535/arm.2012.36.6.776>
- Imeson, A.P. (1997).** Thickening and Gelling Agents for Food. Springer US. <https://doi.org/10.1007/978-1-4615-2197-6>.
- Irfan Said, M., Abustam, E., Pakiding, W., and Zain Mide, M. (2019).** Utilization of Poultry Slaughterhouses (PSh) Waste as a By-product of Protein Sources to Create the Environmental Friendly Livestock Systems in Makassar, South Sulawesi, Indonesia. *European Journal of Sustainable Development*, 8(4), 273. <https://doi.org/10.14207/ejsd.2019.v8n4p273>
- Ismail, N., Shukor, N. and Samicho, Z. (2019).** Effects of Extraction Time on the Functional Properties of Silver Catfish (*Pangasius Sutchi*) Skin Gelatin. *Scientific Research Journal* 10 (March): 65.

- Jaiswal, N., Prakash, O., Talat, M., Hasan, S., P and, R. (2011).** Application of response surface methodology for the determination of optimum reaction conditions (temperature and pH) for starch hydrolysis by α -amylase. *Asian Journal of Biochemistry*, 6(5), 357-365. <https://doi.org/10.3923/ajb.2011.357.365>
- Jakhar, J. K., Basu, S., Sasidharan, S., Chouksey, M. K., and Gudipati, V. (2014).** Optimization of process parameters for gelatin extraction from the skin of Blackspotted Croaker using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology*, 51(11), 3235-3243.
- Jakhar, J. K., Reddy, A. D., Maharia, S., Devi, H. M., Reddy, G. V. S., and Venkateshwarlu, G. 2012.** Characterization of fish gelatin from Blackspotted Croaker (*Protonibea diacanthus*). *Archives of Applied Science Research*. 4(3): 1353–1358.
- Jayathilakan, K., Sultana, K., Radhakrishna, K., and Bawa, A. S. (2012).** Utilization of byproducts and waste materials from meat, poultry and fish processing industries: A review. *Journal of Food Science and Technology*, 49(3), 278–293. <https://doi.org/10.1007/s13197-011-0290-7>
- Johnston-Banks, F.A. (1990).** Gelatine. In: Harris, P. (Ed.), *Food Gels*. Elsevier Applied Food Science Series. Springer, Dordrecht. https://doi.org/10.1007/978-94-009-0755-3_7.
- JORA (Journal Officiel de la République Algérienne). (2017). N° 39 du 02 Juillet 2017.** Arrêté interministériel du 2 Moharram 1438, correspondant au 4 octobre 2016, fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires, pp. 11-32.
- JORAN°35, (1998).** Critères microbiologiques des laits et des produits laitiers. Arrêté interministériel du 24 février modifiant et complétant l'arrêté de 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires.
- Jones, D. B. (1931).** Factors for Converting Percentages of Nitrogen in Foods and Feeds Into Percentages of Proteins. United States: U.S. Department of Agriculture.
- Jridi, M., Bardaa, S., Moalla, D., Rebaii, T., Souissi, N., Sahnoun, Z., and Nasri, M. (2015).** Microstructure, rheological and wound healing properties of collagen-based gel from cuttlefish skin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 77, 369–374. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.03.020>
- Juste, J. (2010).** Usage of animal by-products of slaughterhouses for the production of biogas. Legal aspects and characterisation. In *Libro de Actas II Congreso Español de Gestión Integral de Deyecciones Ganaderas* (pp. 337-346). International Workshop on Anaerobic Digestion of Slaughterhouse Waste. 9–10.

- Kanhar, A. H., Chen, S., and Wang, F. (2020).** Incineration Fly Ash and Its Treatment to Possible Utilization: A Review. *Energies*, 13(24), Article 24. <https://doi.org/10.3390/en13246681>
- Karim, A. A., and Bhat, R. (2009).** Fish gelatin: Properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. *Food Hydrocolloids*, 14. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.07.002>
- Khiari, Z., Rico, D., Martin-Diana, A., and Barry-Ryan, C. (2013).** Comparison between gelatines extracted from mackerel and blue whiting bones after different pre-treatments. *Food Chemistry*, 139, 347-354.
- Kielty, C. M., Grant, M. E. (2002).** Chapter 2.1: The Collagen Family: Structure, Assembly, and Organization in the Extracellular Matrix. In P. M. Royce & B. Steinmann (Eds.), Title of the Book (p. xx-xx). Publisher. DOI: <https://doi.org/10.1002/0471221929.ch2>
- Kittiphattanabawon, P., Benjakul, S., Visessanguan, W., Nagai, T., and Tanaka, M. (2005).** Characterization of acid-soluble collagen from skin and bone of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus*). *Food Chemistry*, 89(3), 363-372.
- Koli, J. M., Patange, S. B., Nayak, B. B., and Venkateshwarlu, G. (2012).** Physico-chemical and textural properties of gelatins and water gel desserts from the skin of marine water fishes. *Ecology, Environment and Conservation*. 18. 125-130.
- Kreungngern and Chaikham, C. (2016).** Rheological, physical and sensory attributes of Chao Kuay jelly added with gelling agents. *IFRJ* 23 (4), 1474–1478.
- Ktari, N., Jridi, M., Nasri, R., Lassoued, I., Ben Ayed, H., Barkia, A., and Nasri, M. (2014).** Characteristics and functional properties of gelatin from zebra blenny (*Salaria basilisca*) skin. *LWT - Food Science and Technology*, 58(2), 602–608. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.03.036>
- Kumar, K., Babu, B. S., and Davim, J. P. (Eds.). (2022).** Handbook of Research on Advancements in the Processing, Characterization, and Application of Lightweight Materials. DOI: [10.4018/978-1-7998-7864-3](https://doi.org/10.4018/978-1-7998-7864-3)
- Kwanyuen, P., and Burton, J. W. (2009).** A Modified Amino Acid Analysis Using PITC Derivatization for Soybeans with Accurate Determination of Cysteine and Half-Cystine. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(2), 127–132. <https://doi.org/10.1007/s11746-009-1484-2>
- Jaiswal, N., Prakash, O., Talat, M., Hasan, S., and P and, R. (2011).** Application of response surface methodology for the determination of optimum reaction conditions

(temperature and pH) for starch hydrolysis by α -amylase. *Asian Journal of Biochemistry*, 6(5), 357-365. <https://doi.org/10.3923/ajb.2011.357.365>

Johnston-Banks, F.A. (1990). Gelatine. In: Harris, P. (Ed.), *Food Gels*. Elsevier Applied Food Science Series. Springer, Dordrecht. https://doi.org/10.1007/978-94-009-0755-3_7.

Łaba, W., Żarowska, B., Chorążyk, D., Pudło, A., Piegza, M., Kancelista, A., and Kopeć, W. (2018). New keratinolytic bacteria in valorization of chicken feather waste. *AMB Express*, 8(1), 9. <https://doi.org/10.1186/s13568-018-0538-y>.

Lafarga, T., O'Connor, P., and Hayes, M. (2014). Identification of novel dipeptidyl peptidase-IV and angiotensin-I-converting enzyme inhibitory peptides from meat proteins using in silico analysis. *Peptides*, 59, 53–62. <https://doi.org/10.1016/j.peptides.2014.07.005>

Lasekan, A., Abu Bakar, F. et Hashim, D., (2012). Potential of chicken byproducts as sources of useful biological resources *Waste Management* 33(3).

Lassoued, I., Jridi, M., Nasri, R., Dammak, A., Mohamed, H., and Barkia, A. (2014). Characteristics and functional properties of gelatin from thornback ray skin obtained by pepsin-aided process in comparison with commercial halal bovine gelatin. *Food Hydrocolloids*, 41, 309–318. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.029>

Lau, M. H., Tang, J., and Paulson, A. T. (2000). Texture profile and turbidity of gellan/gelatin mixed gels. *Food Research International - FOOD RES INT.* 33. 665-671. [http://dx.doi.org/10.1016/S0963-9969\(00\)00111-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0963-9969(00)00111-3)

Le Hir. (2001). *Pharmacie Galénique- Bonnes Pratiques de Fabrication des Médicaments* (8ème éd.). Masson. Paris, 76-78.

Lessouad. (2017). Modelization and statistical optimization of coagulation flocculation treatment of an old leachate. *Water environment research: a research publication of the Water Environment Federation.* 89. <http://dx.doi.org/10.2175/106143017X14839994523703>

Lima, C., Fontes Coelho, L., and Contiero, J. (2010). The use of response surface methodology in optimization of lactic acid production: Focus on medium supplementation, temperature, and pH control. *Food Technology and Biotechnology*, 48.

Liu, D. C., Lin, Y. K., and Chen, M. T. (2001). Optimum Condition of Extracting Collagen from Chicken Feet and its Characteristics. *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 14(11), 1638-1644.

Liu, D., Nikoo, M., Boran, G., Zhou, P., and Regenstein, J. M. (2015). Collagen and Gelatin. *Annual Review of Food Science and Technology*, 6(1), 527–557. <https://doi.org/10.1146/annurev-food-031414-111800>

- Liu, H. Y., Han, J., and Guo, S. D. (2009).** Characteristics of the gelatin extracted from Channel Catfish (*Ictalurus Punctatus*) head bones. *LWT - Food Science and Technology*, 42(2), 540–544. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.07.013>
- Lu, Y., Luo, Q., Chu, Y., Tao, N., Deng, S., Wang, L., and Li, L. (2022).** Application of Gelatin in Food Packaging: A Review. *Polymers*, 14(3), Article 3. <https://doi.org/10.3390/polym14030436>
- Luftig, J.T., Jordan, V.S., (1998).** Design of experiments in quality engineering. New York: McGraw-Hill.
- MAAF : Ministère de L’agriculture et de L’alimentation Français. (2017).** Guide du tri et du devenir des sous-produits animaux à l’abattoir et en établissements assimilés.
- Makary, M., Shah, S., Warhadpande, S., Vargas, I., Sarbinoff, J., and Dowell, J. (2016).** Design-of-experiments approach to improving inferior vena cava filter retrieval rates. *Journal of the American College of Radiology*, 14. <https://doi.org/10.1016/j.jacr.2016.08.015>
- Malenica, D., Kass, M., and Bhat, R. (2023).** Sustainable Management and Valorization of Agri-Food Industrial Wastes and By-Products as Animal Feed: For Ruminants, Non-Ruminants and as Poultry Feed. *Sustainability*, 15(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/su15010117>
- Malepeyre, F., and Bertran, H. (2010).** Nouveau manuel complet de la fabrication des colles.
- Mariod, A., and Adam, H. F. (2013).** Review: Gelatin, source, extraction and industrial applications. *ACTA Scientiarum Polonorum Technol. Aliment.*, 12, 135–147.
- Martini, M. C., and Seiller, M. (2000).** Actifs et Additifs en Cosmétologie (3ème éd.). Tec et Doc.
- Matulesy, D. N., Erwanto, Y., Nurliyani, N., Suryanto, E., Abidin, M. Z., and Hakim, T. R. (2021).** Characterization and functional properties of gelatin from goat bone through alcalase and neutrase enzymatic extraction. *Veterinary World*, 14(9), 2397-2409
- Meyer, M.C., Straughn, A.B., Mhatre, R.M., Hussain, A., Shah, V.P., Bottom, C.B., Cole, E.T., Lesko, L.L., Mallinowski, H., and Williams, R.L. 2000.** The effect of gelatin crosslinking on the bioequivalence of hard and soft gelatin acetaminophen capsules. *Pharmaceutical Research*, 17 (8), 962-966
- Mia, M. and Dhar, N.R. 2016.** Prediction of Surface Roughness in Hard Turning under High Pressure Coolant Using Artificial Neural Network. *Measurement C (92)*: 464–74.
- Minitab Inc. (2004).** Meet Minitab.

- Mohos, F.Á. (2010).** Introduction to food colloids. In F.A. Mohos (Ed.), *Confectionery and Chocolate Engineering: Principles and Applications* (p. 5). John Wiley. <https://doi.org/10.1002/9781444320527.ch5>
- Mokrejš, P., Gál, R., Pavlačková, J., and Janáčková, D. (2021).** Valorization of a By-Product from the Production of Mechanically Deboned Chicken Meat for Preparation of Gelatins.
- Mokrejš, P., Mrázek, P., Gál, R., and Pavlačková, J. (2019).** Biotechnological Preparation of Gelatines from Chicken Feet. *Polymers*, 11(6), 1060. <https://doi.org/10.3390/polym11061060>
- Molapo, N. A. (2009).** Waste handling practices in the South African high-throughput poultry abattoirs (PhD thesis). Central University of Technology.
- Mozhiarasi, V., and Natarajan, T. S. (2022).** Slaughterhouse and poultry wastes: Management practices, feedstocks for renewable energy production, and recovery of value added products. *Biomass Conversion and Biorefinery*. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-02352-0>
- Mulyani, S., Setyabudi, F. M. C. S., Pranoto, Y., and Santoso, U. (2017).** Physicochemical properties of gelatin extracted from buffalo hide pretreated with different acids. *Korean Journal of Food Science and Animal Resources*, 37(5), 708–715. <https://doi.org/10.5851/>
- Mutlu, C., Tontul, S. A., and Erbaş, M. (2018).** Production of a minimally processed jelly candy for children using honey instead of sugar. *LWT*, 93, 499–505. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.03.064>
- Myers, R.H. and Montgomery, D.C. (1995).** *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. John Wiley and Sons, New York.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., and Ragadhita, R. (2019).** How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97.
- Nik Aisyah. (2014).** Poultry as an Alternative Source of Gelatin. *Health & the Environment Journal*. 5. 37-49.
- Nouad, M. A. (2011).** Étude technico-économique de projets de valorisation/gestion de déchets liés à la filière avicole en Algérie (pp. 58).
- Ockerman, H. W., and C. L. Hansen. (2000).** *Animal By-product Processing and Utilization..* (1st ed.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781482293920>
- Olawoye, B. (2016).** A comprehensive handout on central composite design (CCD).

- Omar, W. H. W., and Sarbon, N. M. (2016).** Effect of Drying Method on Functional Properties and Antioxidant Activities of Chicken Skin Gelatin Hydrolysate. *Journal of Food Science and Technology*, 53(11), 3928-3938.
- Pacella, M., and Semeraro, Q. (2014).** Mathematical and Statistical Methods in Food Science and Technology. [doi:10.1002/9781118434635.ch22](https://doi.org/10.1002/9781118434635.ch22)
- Park, J.-H., Choe, J., Kim, H.-W., Hwang, K. E., Song, D. H., Yeo, E.-J., Kim, H.-Y., Choi, Y.-S., Lee, S.-H., and Kim, C.-J. (2013).** Effects of Various Extraction Methods on Quality Characteristics of Duck Feet Gelatin. *Korean Journal for Food Science of Animal Resources*, 33. <https://doi.org/10.5851/kosfa.2013.33.2.162>.
- Parkhurst, C. R., and Mountney, G. J. (1997).** Poultry products technology (3rd ed.). Food Product Press.
- Pearce, K.N., and Kinsella, J.E. (2002).** Emulsifying Properties of Proteins: Evaluation of a Turbidimetric Technique. ACS Publications. American Chemical Society. World. May 1, 2002.
- Penas, H. (2011).** Créer un plan d'expérience : méthode rapide et efficace (sans ANOVA). Trois Dimensions Consulting.
- Pieniazek, F., and Messina, V. (2016).** Scanning electron microscopy combined with image processing technique: Analysis of microstructure, texture, and tenderness in Semitendinosus and Gluteus Medius bovine muscles: Quality of Semitendinosus and Gluteus Medius Bovine Muscles for Instant Meal. *Scanning*, 38(6), 727-734.
- Pillet, M. (2001).** Les plans d'expériences par la méthode Taguchi. Maurice Pillet.
- Pinto, J., Boavida-Dias, R., Matos, H. A., and Azevedo, J. (2022).** Analysis of the Food Loss and Waste Valorisation of Animal By-Products from the Retail Sector. *Sustainability*, 14(5), 2830. <https://doi.org/10.3390/su14052830>
- Pishgar-Komleh, S. (2012).** Application of response surface methodology for optimization of picker-husker harvesting losses in corn seed. *Iranica Journal of Energy & Environment*. DOI: 10.5829/idosi.ijee.2012.03.02.0027.
- Plackett, R.L. and Burman, J.P. (1946).** The Design of Optimum Multifactorial Experiments. *Biometrika*, 33, 305-325. <http://dx.doi.org/10.1093/biomet/33.4.305>
- Polowczyk, I. (2017).** Central composite design. Studylib.net. <https://studylib.net/doc/25240981/central-composite-design>.
- Pramualkijja, T., Pirak, T., and Euston, S. R. (2021).** Valorization of Chicken Slaughterhouse By-Products: Production and Properties of Chicken Trachea Hydrolysates

Using Commercial Proteases. *International Journal of Food Properties*, 24(1), 1642-1657.
<https://doi.org/10.1080/10942912.2021.1986522>

Pranoto, Y., Istigani, M., Santoso, U., Lestari, L. A., Erwanto, Y., & Rohman, A. (2016). Physicochemical properties of gelatin extracted from five-lined threadfin bream (*Nemipterus tambuloides*) skins. *KnE Life Sciences*, 3, 6. <https://doi.org/10.18502/cls.v3i3.381>.

Radočaj, O., Dimić, E., and Vujasinović, V. (2011). OPTIMIZATION OF THE TEXTURE OF FAT-BASED SPREAD CONTAINING HULL-LESS PUMPKIN (*Cucurbita pepo* L.) SEED PRESS-CAKE. <https://doi.org/10.2298/APT1142131R>

Rafieian, F., Keramat, J., & Kadivar, M. (2013). Optimization of gelatin extraction from chicken deboner residue using RSM method. *Journal of Food Science and Technology-Mysore*, 50(2), 374–380. <https://doi.org/10.1007/s13197-011-0355-7>

Rahman, A. (2021). Halal and Non-Halal Gelatine as a Potential Animal By-Products in Food Systems: Prospects and Challenges for Muslim Community. *Food Reviews International*, 37(4), 409–438. <http://dx.doi.org/10.2991/assehr.k.210312.086>

Rahman, J. (2012). Extractions, physicochemical characterizations and sensory quality of chicken feet gelatin. *Borneo Sci* 30, 1–13.

Rahman, M. S., Al-Saidi, G. S., and Guizani, N. (2008). Thermal characterisation of gelatin extracted from yellowfin tuna skin and commercial mammalian gelatin. *Food Chemistry*, 108(2), 472-481

Rahman, M. S., and Al-Farsi, S. A. (2005). Instrumental texture profile analysis (TPA) of date flesh as a function of moisture content. *Journal of Food Engineering*, 66(4), 505–511. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.04.022>

Rahman, M. S., and Al-Mahrouqi, A. I. (2009). Instrumental texture profile analysis of gelatin gel extracted from grouper skin and commercial (bovine and porcine) gelatin gels. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 60(SUPPL. 7), 229–242. <https://doi.org/10.1080/09637480902984414>

Rahman, M., Hassan, A., Hossain, I., Jahangir, M., Chowdhury, E., and Parvin, R. (2022). Current state of poultry waste management practices in Bangladesh, environmental concerns, and future recommendations. *Journal of Advanced Veterinary and Animal Research*, 9(3), 490. <https://doi.org/10.5455/javar.2022.i618>

Ramos, M., García, A., Sanahuja, A., and Garrigós, M. (2016). Gelatin-Based Films and Coatings for Food Packaging Applications. *Coatings*, 6, 41. <https://doi.org/10.3390/coatings6040041>

- Raraswati, M. A., Triyana, K., and Rohman, A. (2013).** Differentiation of bovine and porcine gelatins in soft candy based on amino acid profiles and Chemometrics. *Journal of Food and Pharmaceutical Sciences*, 2(1). <https://jurnal.ugm.ac.id/jfps/article/view/1850>.
- Rather, J. A., Majid, S. D., Dar, A. H., Amin, T., Makroo, H. A., Mir, S. A., Barba, F. J., and Dar, B. N. (2022).** Extraction of Gelatin from Poultry Byproduct: Influence of Drying Method on Structural, Thermal, Functional, and Rheological Characteristics of the Dried Gelatin Powder. *Frontiers in Nutrition*, 9. <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fnut.2022.895197>
- RBII, K. (2010).** Formation d'agrégats de hauts poids moléculaires dans la gélatine et comportement en solution aqueuse (Thèse de doctorat en pathologie, toxicologie, génétique et nutrition). Université de Toulouse, 21-38.
- Saenmuang, S., Phothiset, S., and Chumnanka, C. (2019).** Extraction and characterization of gelatin from black-bone chicken by-products. *Food Science and Biotechnology*, 29(4), 469-478. <https://doi.org/10.1007/s10068-019-00696-4>
- SAKOUMA, L. (2014).** LES METHODES D'EXTRACTION DE LA GELATINE BOVI. OMNISCRIP.T.
- Salminen, E., and Rintala, J. (2002).** Anaerobic Digestion of Organic Solid Poultry Slaughterhouse Waste—A Review. *Bioresource Technology*, 83, 13-26. [https://doi.org/10.1016/s0960-8524\(01\)00199-7](https://doi.org/10.1016/s0960-8524(01)00199-7)
- Sams, A. R. (2001).** Poultry meat processing. CRC Press LLC.
- Santana, J.C.C., Gardim, R.B., Almeida, P.F., Borini, G.B., Quispe, A.P.B., Llanos, S.A.V., Heredia, J.A., Zamuner, S., Gamarra, F.M.C., Farias, T.M.B., Ho, L.L., Berssaneti, F. T. (2020).** Valorization of chicken feet by-product of the poultry industry: high qualities of gelatin and biofilm from extraction of collagen. *Polymers* 12 (3). <https://doi.org/10.3390/polym12030529>.
- Sarbon, N. M., Badii, F., and Howell, N. K. (2013).** Preparation and characterisation of chicken skin gelatin as an alternative to mammalian gelatin. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 143–151. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.05.009>
- Sarbon, N.M., Badii, F., and Howell, N.K. (2015).** The Effect of Chicken Skin Gelatin and Whey Protein Interactions on Rheological and Thermal Properties. *Food Hydrocolloids*, 45(March), 83–92.
- Sathe, S.K., and Salunkhe, D.K. (1981).** Functional Properties of the Great Northern Bean (*Phaseolus Vulgaris* L.) Proteins: Emulsion, Foaming, Viscosity, and Gelation Properties. *Journal of Food Science*, 46(1), 71–81.

- Sawyer, S. (2010).** Analysis of variance: The Fundamental Concepts and Application with R. *Journal of Manual & Manipulative*, 17, 27E-38E. <https://doi.org/10.1179/jmt.2009.17.2.27E>.
- Schrieber, R., and Gareis, H. (2007).** *Gelatine Handbook: Theory and Industrial Practice*. I–XII. <https://doi.org/10.1002/9783527610969.fmatter>.
- Schwarz, C. J. (2012).** Design and Analysis of BACI Experiments. Department of Statistics and Actuarial Science, Simon Fraser University, Burnaby, BC, Canada. Retrieved October 14, 2012, from cschwarz@stat.sfu.ca.
- Sebastian, M. (2014).** *Industrial Gelatin Manufacture- Theory and Practice*.
- Seidavi, A. R., Zaker-Esteghamati, H., and Scanes, C. G. (2019).** Chicken Processing: Impact, Co-Products and Potential. *World's Poultry Science Journal*, 75(1), 55-68.
- Senaras, C. (2019).** Sustainable engineering products and manufacturing technologies.
- Shaari, S., Huda, N., Sulaiman, M. R., Nafchi, A. M., and Zakaria, Z. (2021).** Quality Characteristics of Biodegradable Film Prepared from Duck Feet Gelatin. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 709(1), 012041. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/709/1/012041>
- Shyni, K., Hema, G. S., Ninan, G., Mathew, S., Joshy, C. G., and Lakshmanan, P. T. (2014).** Isolation and characterization of gelatin from the skins of skipjack tuna (*Katsuwonus pelamis*), dog shark (*Scoliodon sorrakowah*), and rohu (*Labeo rohita*). *Food Hydrocolloids*, 39, 68-76. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.008>
- Singh P., Benjakul S., Maqsood S., and Kishimura, H. (2011).** Isolation and characterisation of collagen extracted from the skin of striped catfish (*Pangasianodon hypophthalmus*). *Food Chemistry*, 124, 97-105. [10.1016/j.foodchem.2010.05.111](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.05.111).
- Sobral, P. J. A., and Habitante, A. M. Q. B. (2001).** Phase transitions of pigskin gelatin. *Food Hydrocolloids*, 15(4), 377-382.
- Songchotikunpan, P., Tattiyakul, J., and Supaphol, P. (2008).** Extraction and electrospinning of gelatin from fish skin. *Int J Biol Macromol* 42 (3). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2007.11.005>, 247–55
- Stainsby, G. (1977).** The physical chemistry of gelatin. In A.G. Wand & A. Courts, the science and technology of gelatin (pp.109-136). London: Academic press.
- Suliman, F. O. (2017).** Response Surface Methodology and Its Application in Optimizing the Efficiency of Organic Solar Cells. *Energy Reports*, 3, 204-210.
- Surh, J., Decker, E. A., and McClements, D. J. (2006).** Properties and stability of oil-in-water emulsions stabilized by fish gelatin. *Food Hydrocolloids*, 20(5), 596-606. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2005.06.002>.

- Tabinda, A. B., Bashir, S., Yasar, A., and Munir, S. (2013).** Heavy Metals Concentrations in Water, Sediment and Fish in River Sutlej at Sulemanki Headworks. *Pakistan Journal of Zoology*, 45(6), 1663-1668.
- Tadesse, G., and Badiane, O. (2018).** Determinants of African agricultural exports. In O. Badiane, S. P. Odjo, & J. Collins (Eds.), *Africa Agricultural Trade Monitor 2018* (pp. 85-109). International Food Policy Research Institute, Washington D.C.
- Talapphet, N., Prommajak, T., and Raviyan, P. (2017).** Process optimization and properties of crude gelatin extracted from tannery bovine hide. *Food Appl. Biosci. J.* 5 (3), 132–148. <https://doi.org/10.14456/fabj.2017.11>.
- Townsend, A. A., and Nakai, S. (1983).** Relationships Between Hydrophobicity and Foaming Characteristics of Food Proteins. *Journal of Food Science*, 48(2), 588-594.
- Tuoc, K., and Glasgow, S. (2012).** On the texture profile analysis test. In: *Proceedings of the Chemeca*, vol. 2012, pp. 23–26.
- Vivier, S., (2002).** Stratégies d’optimisation par la méthode des plans d’expériences et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis. Thèse de Doctorat. Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Wahid, Z., and Nadir, N. (2013).** Improvement of one factor at a time through design of experiments. *World Applied Sciences Journal*, 21(1), 56-61.
- Waldron, K. W. (2007).** *Handbook of waste management and co-product recovery in food processing*. CRC press Woodhead publ.
- Wangtueai, S., and Noomhorm, A. (2009).** Processing optimization and characterization of gelatin from lizardfish (*Saurida* spp.) scales. *LWT - Food Science and Technology*, 42, 825–834. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.11.014>
- Wangtueai, S., Noomhorm, A., and Regenstein, J. (2010).** Effect of Microbial Transglutaminase on Gel Properties and Film Characteristics of Gelatin from Lizardfish (*Saurida* spp.) Scales. *Journal of Food Science*, 75, C731-C739. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.01835.x>
- Widyasari, R., and Rawdkuen, S. (2014).** Extraction and characterization of gelatin from chicken feet by acid and ultrasound-assisted extraction. *Food Science and Biotechnology*, 13.
- Widyasari, R., and Rawdkuen, S. (2015).** Gelatin from Chicken Feet: Papain-Assisted Extraction, Characterization, and Its Application.
- Wolf, W., and FL, B. (1975).** Scanning electron microscopy of soybeans, soy flours, protein concentrates, and protein isolates. *Scanning Electron Microsc Soybeans Soy Flours Protein Conc Protein Isol.*

- Yang, H., Wang, Y., Jiang, M., Oh, J.-H., Herring, J., and Zhou, P. (2007).** 2-Step Optimization of the extraction and subsequent physical properties of channel catfish (*Ictalurus punctatus*) Skin Gelatin. *Journal of Food Science*, 72(4), C188–C195. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00319.x>.
- Yembi, J., and Moukengue Imano, A. (2016).** Étude du temps d’amorçage d’une génératrice asynchrone auto-excitée par la méthode de plan d’expériences. *Revue des Energies Renouvelables*, 19, 225-234.
- Yimer, T. T. (2018).** VALORISATION OF WASTE CHICKEN FEATHERS: PRODUCTION OF HIGH-VALUE MATERIALS. *ENGINEERING AND SCIENCE*, 531.
- Yusof, N., Jaswir, I., Jamal, P., and Jami, M. S. (2019).** Texture Profile Analysis (TPA) of the jelly dessert prepared from halal gelatin extracted using High Pressure Processing (HPP). *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 15(4), 604–608. <https://doi.org/10.11113/mjfas.v15n4.1583>
- Zarai, Z., Balti, R., Mejdoub, H., Gargouri, Y., and Sayari, A. (2012).** Process for extracting gelatin from marine snail (*Hexaplex trunculus*): Chemical composition and functional properties. *Process Biochemistry*, 47, 1779–1784. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2012.06.007>.
- Zare, S., and Lashkari, H. (2019).** Optimization and Production of Flavored Dairy Dessert Containing Grape Juice Concentrate, Gelatin and Cream Using Response Surface Methodology. *Journal of Food and Nutrition Research*, 7, 592–604. <https://doi.org/10.12691/jfnr-7-8-7>
- Zhou, P., and Regenstein, J. M. (2007).** Comparison of Water Gel Desserts from Fish Skin and Pork Gelatins Using Instrumental Measurements. *Journal of Food Science*, 72(4), C196–C201. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00320.x>
- Zhou Q., Zhang H., Zhou Y., Li Y., Xue Y., Fu C., Tu C., and Luo Y. (2016).** Separation of microplastics from a coastal soil and their surface microscopic features. *Kexue Tongbao/Chinese Science Bulletin*, 61: 1–8. <https://doi.org/10.1360/N972015-01098>
- Zilhadia, Z., and Anwar, E. (2018).** Characterization and Functional Properties of Gelatin Extracted from Goatskin. *International Food Research Journal*, 25 .
- Zin, Z. M., Sarbon, N. M., Zainol, M. K., Nur, S., Jaafar, A., Shukri, M. M., Hj, A., and Rahman, A. (2021).** Halal and non-halal gelatin as a potential animal by-product in food systems: prospects and challenges for Muslim community. [doi:10.2991/assehr.k.210312.086](https://doi.org/10.2991/assehr.k.210312.086).

Annexes

Annexe 1 : Détermination de la teneur en protéines par la méthode de Biuret

1. Réactif de Gornall

Sulfate de cuivre hydraté à 5 H ₂ O.....	1.5 g
Tartrate double de sodium et potassium.....	6 g
Hydroxyde de sodium.....	30 g
Iodure de potassium.....	1 g
Eau distillée.....	1 l

2. Méthode

a. Gamme d'étalon

A partir de la solution sérum albumine bovine (BSA), des dilutions sont préparées suivant le tableau ci-dessous :

N°	0	1	2	3	4	5
Solution étalon (10 g/ml)	0	1	2	3	4	5
Eau physiologique	10	9	8	7	6	5

b. Mesure de l'absorbance à 540 nm

N°	0'	1'	2'	3'	4'	5'
Dilution (ml)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Réactifs de Gornall (ml)	4	4	4	4	4	4
Masse de protéines (g)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
Attente à l'obscurité	30 min					
A540						

Annexe 2 : Fiche de dégustation d'une crème dessert

Nom et prénom :

Sexe :

Age :

fonction :

Echantillons	Apparence	Arôme	Texture	Goût	Acceptabilité
206					
315					
125					
213					

Classer les produits par ordre de préférence

Les échantillons	1	2	3	4

- 1- Je n'aime pas (déteste) du tout
- 2- Je n'aime pas (déteste) beaucoup
- 3- Je n'aime (déteste) modérément
- 4- Je n'aime pas
- 5- Je n'aime ni ne déteste
- 6- J'aime un peu
- 7- J'aime moyennement
- 8- J'aime beaucoup
- 9- J'aime beaucoup