

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'hamed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master II

Département : Génie des procédés

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Alimentaire

THEME

Etude de l'effet d'incorporation de la poudre de datte sèche *Mech degla* et la poudre de caroube *Ceratonia siliqua* sur le comportement rhéologique du chocolat

Présenté par : Ben kaouas Fadhila
Maoui Nourelhouda

Soutenu le : 03/07/2018

Jury:

Présidents:	BENAKMOUM A.	MC (A)	UMBB
Examinatrice :	BOUMECHHOUR F.	MA (B)	UMBB
Examinatrice	LARID R	MA (A)	UMBB
Promoteur :	ZIDANI S.	MC (B)	UMBB

Promotion 2018

Remerciements

Tout d'abord, on exprime nos remerciements au bon Dieu de nous avoir donné le courage et la force d'aller au bout de nos fins pour terminer notre travail et pour sa bienveillance.

Nos profondes gratitude vont à notre promoteur Mr Zidani Sofiane, pour l'honneur qui nous a fait de nous encadrer, pour ces précieux conseils, ces orientations et la confiance qu'il nous a fait,

Pour nos professeurs, leur générosité et leur soutien

On tient également à exprimer nos sincères remerciements à :

- ❖ Mr Benakmoum A d'avoir accepté de présider le jury et de juger notre travail.*
- ❖ Mme Larid R d'avoir accepté d'examiner notre travail.*
- ❖ Mme Boumechhour F d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

Notre vifs remerciements vont également à l'ensemble des personnel des laboratoires technologie alimentaire, pour leur entière disponibilité, coopération ainsi pour l'ambiance et les bonnes conditions.

Dédicaces

Au nom de Dieu, le très Miséricordieux, le Tout Miséricordieux

*Louange à ALLAH seigneur des univers de nous avoir donné la faculté de
penser, de raisonner, et d'étudier.*

*Aux deux êtres qui me sont plus précieux que tout le reste dans ce monde afin
de les remercier pour toute leur bonté, leur générosité, leur soutien et leur
patience ainsi que leur grand amour à l'égard de leurs enfants. Ces deux
êtres **ma mère** et **mon père** pour lesquels aucun mot ne saurait exprimer mes
profonds sentiments ont leur égard.*

A mon cher amour Billel ;

A mes enfants Sohieb et Sief el islam

A ma chère sœur Roza ;

A mes chers frère Rabeh et Nouradinne ;

A mes tantes Bahia, Samia, Houria ;

A ma belle-mère et beau-père ;

A la famille BEN KAOUAS, MIMOUNI, TICHAT ;

A ma copine Ahlem pour leur soutien et leur amour,

*A ma meilleur amie Berdioui nadia pour sa présence et son soutien de puis le
premier jour de notre connaissance ;*

A mes ami(e)s ;

A ma binôme Nour El houda. Et sa famille ;

A tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin.

Fadhila

Dédicaces

A mes chers parents Leila et Ahmed, grâce à leurs tendres encouragements et leurs grands sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propices à la poursuite de mes études. Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers eux. Je prie le bon Dieu de les bénir, de veiller sur eux, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

A mes grands-parents que dieu les protèges.

A mes magnifiques frères Mohammed Amine et Sofiane Zakaria.

A mes cousines Imene et Hiba, les mots ne peuvent résumer ma reconnaissance et mon amour à votre égard.

A toute la famille MAOUI et MANSOURI

A tous mes professeurs, leur générosité et leur soutien m'oblige de leurs témoigner mon profond respect.

A mes adorables Chahrazed, Karima et Salima, avec lesquels j'ai partagé mes moments de joie et de bonheur.

A tous mes amis, Anissa, Malika, Redouane, Hamid.

A Tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer.

A ma binôme Fadhila et sa famille.

A tous mes collègues de la promotion MGA: 2017-2018

Houda

Résumé

Le présent travail porte sur l'étude de l'influence des fractions de la poudre de datte sèche *Mech Degla* et de la poudre de caroube *Ceratonia Siliqua L* sur les paramètres rhéologique du chocolat au lait. La poudre de datte et de caroube ont été caractérisée par plusieurs tests. La rhéologie du chocolat a été mesuré suivant la méthode standard. Le comportement rhéologique du chocolat a été analysé par une loi en puissance de type modèle d'Ostwald.

Les résultats obtenus révèlent une teneur appréciable en sucre dans la poudre de datte (75.47 g/100g de PDS) et la poudre de caroube (85,54 g/100g de PC), en fibres (3-11 g/100g MS), en cendres et en éléments minéraux, notamment en potassium (315 – 690 mg/100g MS).

Le chocolat a un comportement légèrement thixotrope. Cependant notre chocolat a un comportement rhéofluidifiant nettement marqué. Les interactions entre les particules de sucres sont probablement responsables du comportement rhéofluidifiant du chocolat.

L'étude de l'influence des fractions de la poudre de caroube et la poudre de datte sur les paramètres du modèle d'Ostwald pour la viscosité du chocolat, montre que la poudre de caroube n'avait pas d'impact sur le paramètre d'écoulement n , l'effet est plus marqué avec la PDS. Les résultats de l'analyse sensorielle montrent qu'il n'y pas une différence significative entre les différents chocolats du point de vue gout, odeur, texture et aspect visuel.

Mots clés : PDS, PC, Chocolat, rhéologie, rhéofluidifiant, thixotrope, Ostwald.

Summary

This study investigate the influence of dry date powder (*Mech-Degla*) and carob powder (*Ceratonia Siliqua L*) fractions on rheological parameters of milk chocolate. Date and carob powder were characterized by several tests. Chocolate rheology was measured according to the standard method. The rheological behavior of chocolate was analyzed by Ostwald model.

The results obtained reveal an important content of sugar in the date powder (75.47 g / 100g of PDS) and the carob powder (85.54 g / 100 g of PC), fibers (3-11 g / 100 g M S),ashes and minerals, especially potassium (315 - 690 mg / 100g MS).

Chocolate has a slightly thixotropic behavior. However, our chocolate has rheofluidifying behavior. The interactions between sugar particles are probably responsible for the rheofluidifying behavior of chocolate.

The study of carob and date powder fractions effect on Ostwald parameters for the chocolate viscosity, shows that the carob powder had no impact on flow parameters n, the effect is more marked with PDS. The results of the sensory analysis show that there is no significant difference between chocolates in taste, smell, texture and visual appearance.

ملخص

هذه الدراسة تبحث تأثير مسحوق التمر و مسحوق الخروب على انسيابية شوكولاتة الحليب. تم تحليل مسحوق التمر ومسحوق الخروب من خلال عدة اختبارات. تم قياس انسيابية الشوكولاتة وفقا لنظام مرجعي. تم تحليل السلوك الانسيابي للشوكولاتة بواسطة نموذج أوستوالد.

النتائج المتحصل عليها تكشف عن محتوى السكر ملحوظ في مسحوق التمر (75.47 غ/100غ) ومسحوق الخروب (58.64 غ/100غ)، والألياف (3-9 غ / 100غ) ، الرماد والمعادن ، وخاصة البوتاسيوم (315 - 690 ملغم / 100غ).

الشوكولاتة لها سلوك متغاير قليلا. ومع ذلك ، فإن الشوكولاتة لديها سلوك سائل انسيابي واضح. من المحتمل أن تكون التفاعلات بين جزيئات السكر مسؤولة عن سلوك سائل انسيابي للشوكولاتة.

دراسة تأثير مسحوق الخروب والتمر على معايير نموذج اوستوالد للزوج الشوكولاتة تبين أن مسحوق الخروب لم يكن له تأثير على خصائص التدفق ، مع تأثير ملحوظ في مسحوق التمر. نتائج عرض التحليل الحسي يبين عدم وجود فرق كبير بين مختلف الشوكولاتة من جهة الرائحة، الذوق، اللمس والمظهر.

Table des matières

Sommaire

Introduction.....	1
-------------------	---

Partie 1 : Partie bibliographique

Chapitre 1 : Caroube

I.1. Présentation du caroubier « <i>Ceratonia siliqua L</i> ».....	2
I.1.1. Taxonomie.....	2
I.1.2. Classification botanique.....	2
I.1.3. Description.....	2
I.2. Composition biochimique de la caroube.....	3
I.3. Valeur nutritionnelle et propriétés fonctionnelle de la caroube.....	3
I.4. Synthèse des travaux sur l'utilisation et la valorisation de la caroube.....	4

Chapitre 2 : Dattes

II.1. Définition.....	7
II.2. Classification des dattes.....	7
II.2.1. Dattes molles.....	7
II.2.2. Dattes demi-molles.....	7
II.2.3. Dattes sèches.....	8
II.3. Composition biochimique de la datte.....	8
II.3.1. Constituants majeurs de la pulpe.....	8
II.3.1.1. Eau.....	8
II.3.1.2. Sucres.....	8
II.3.1.3. Fibres.....	8
II.3.1.4. Composés phénoliques.....	9
II.3.2. Constituants mineurs de la pulpe.....	9
II.3.2.1. Protéines.....	9
II.3.2.2. Lipides.....	9

II.3.2.3. Eléments minéraux.....	9
II.3.2.4. Vitamines.....	9
II.3.3. Composition biochimique de la partie non comestible « noyau ».....	10
II.4. Valeur nutritive de la datte.....	10
II.5. Valorisation et transformation des dattes.....	11

Chapitre 3 : Chocolat

III.1. Composition du chocolat.....	14
III.2. Production du chocolat.....	15
III.2.1. Du traitement post récolte au cacao marchand.....	15
III.2.2. Du cacao marchand à la pâte de cacao.....	16
III.2.3. De la masse de cacao au beurre de cacao et au cacao en poudre.....	16
III.2.4. Fabrication du produit fini.....	17
III.2.5. Cristallisation du beurre de cacao.....	19

Chapitre 4 : Rhéologie du chocolat

IV.1. Introduction.....	22
IV.2. Rhéologie des suspensions – Cas particulier du chocolat.....	22
IV.2.1. Définitions.....	22
IV.2.2. Fluides non newtoniens.....	22
IV.2.3. Rhéologie du chocolat.....	25

Partie 2 : Partie pratique

Chapitre 5 : Matériels et méthodes

V.1. Problématique.....	27
V.2. Démarche expérimentale.....	27
V.2.1. Obtention de la poudre de datte sèche (PDS) et la poudre de caroube (PC).....	29
V.2.2. Caractérisation physico-chimiques de la PDS et la PC.....	30
V.2.2.1. Détermination de pH.....	30

V.2.2.2. Détermination de l'acidité titrable.....	30
V.2.2.3. Détermination de l'humidité.....	31
V.2.2.4. Détermination de la teneur en fibres totales.....	31
V.2.2.5. Dosage des sucres totaux.....	31
V.2.2.6. Détermination du taux solide soluble (° Brix).....	32
V.2.2.7. Détermination de la teneur en cendre.....	32
V.2.2.8. Détermination des éléments minéraux	33
V.2.2.9. Répartition granulométrique de poudre.....	33
V.2.2.10. Analyse thermique par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	33
V.2.2.11. Diffraction de rayons X.....	34
V.3. Etude rhéologique du chocolat au PDS et PC.....	35
V.3.1. Essai de formulation du chocolat au PDS et PC.....	35
V.3.2. Etude du comportement rhéologique du chocolat selon la méthode standard.....	37
V.3.3. Etude de l'influence de l'ajout de la PDS et la PC sur le comportement rhéologique du chocolat.....	38
V.4. Analyses sensorielles des chocolats.....	39
V.4.1. But.....	39
V.4.2. Déroulement du test de classement selon Friedman.....	39
V.4.3. Analyse statistique.....	39
V.5. Evaluation microbiologique du chocolat.....	40

Chapitre 6 : Résultats et discussions

VI.1. Caractéristiques physico-chimiques de la PDS et PC.....	41
VI.1.1. pH	41
VI.1.2. L'acidité titrable.....	41
VI.1.3. Humidité.....	42
VI.1.4. Fibres totaux.....	42
VI.1.5. Extrait sec soluble.....	42

VI.1.6. Sucre totaux.....	42
VI.1.7. Taux de cendre.....	43
VI.1.8. Eléments minéraux.....	43
VI.1.9. Diffraction de Rayon X.....	43
VI.1.10. Granulométrie de la PDS et de la PC.....	45
VI.1.11. Analyses thermiques.....	46
VI.2. Formulation des chocolats enrichis en PDS et en PC.....	48
VI.2.1. Evaluation sensorielles des chocolats enrichis en PDS et en PC.....	48
VI.2.2. Comportement rhéologique du chocolat selon la méthode standard.....	49
VI.2.3. Etude de l'influence de l'ajout de la PDS et de la PC sur le comportement rhéologique du chocolat.....	50
VI.2.3.1. Modèle de Casson.....	50
VI.2.3.2. Modèle d'Ostwald.....	54
VI.2.4. Qualité microbiologiques de chocolats.....	59
Conclusion générale.....	63

Références bibliographique

Annexes

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification botanique du caroubier.....	2
Tableau 2 : Composition biochimique des différentes fractions de la caroube.....	3
Tableau 3 : Composition moyenne de la farine de caroube.....	4
Tableau 4 : Composition biochimique de la pulpe de datte « <i>Mech-Degla</i> ».....	8
Tableau 5 : Composition minérale moyenne de la datte « <i>Mech-Degla</i> » en mg/100g.....	9
Tableau 6 : Composition vitaminique moyenne de la datte sèche.....	10
Tableau 7 : Composition biochimique moyenne de noyau de datte « <i>Mech-Degla</i> ».....	10
Tableau 8 : Composition requise (en pourcentage en masse) pour différents chocolats suivant les normes européennes.....	15
Tableau 9 : Composition biochimique de la poudre de cacao.....	15
Tableau 10 : Nomenclatures et températures de fusions des différentes formes cristallines du beurre de cacao.....	20
Tableau 11 : Composition des chocolats.....	36
Tableau 12 : Résultats des analyses physico-chimiques de la PDS et la PC.....	41
Tableau 13 : Eléments minéraux de la PDS et PC.....	43
Tableau 14 : Les valeurs des pics majoritaires de Diffractogramme.....	44
Tableau 15 : Caractéristique des particules de la PC et la PDS.....	45
Tableau 16 : Les paramètres de de ATG et DSC de la PDS et PC.....	47
Tableau 17 : Classement des différents chocolats selon les sommes des rangs.....	48
Tableau 18 : Résultats de test de Friedman.....	49
Tableau 19 : Les caractéristiques du modèle de Casson et d'Ostwald.....	58
Tableau 20 : Les valeurs des paramètres d'Ostwald.....	58
Tableau 21 : Résultats des analyses microbiologiques des différent chocolats.....	60

Liste des figures

Figure 1 : Coupe longitudinale du fruit de datte.....	6
Figure 2 : Schéma de fabrication des différents chocolats.....	16
Figure 3 : (a) Rhéogramme pour un fluide newtonien (courbe noir), un fluide rhéofluidifiant (courbe grise foncée) et un fluide de Bingham (courbe grise claire) et (b) courbe de viscosité pour un fluide newtonien (courbe noire) et un fluide rhéofluidifiant (courbe grise).....	23
Figure 4 : Rhéogramme d'un fluide thixotrope.....	24
Figure 5 : Schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la démarche expérimentale.....	28
Figure 6 : Datte Mech-Degla entière et coupée en deux.....	29
Figure 7 : Pulpe et graines d'une gousse de caroube.....	29
Figure 8 : Diagramme de fabrication du chocolat.....	37
Figure 9 : Diffractogramme expérimental de la PC et la PDS.....	44
Figure 10 : Distribution des particules de la PC en fonction de diamètre.....	45
Figure 11 : Distribution des particules de la PDS en fonction de diamètre.....	46
Figure 12 : Thermogramme de l'analyse thermique de la PDS.....	46
Figure 13 : Thermogramme de l'analyse thermique de la PC.....	47
Figure 14 : Courbe d'écoulement (Rhéogramme) (a) et courbe de viscosité (b) du chocolat à base de la PDS et la PC.....	49
Figure 15 : Rhéogramme du chocolat A.....	50
Figure 16: Rhéogramme du chocolat B.....	51
Figure 17 : Rhéogramme du chocolat C.....	51
Figure 18 : Rhéogramme du chocolat D.....	52
Figure 19 : Rhéogramme du chocolat E.....	52
Figure 20 : Rhéogramme du chocolat F.....	53
Figure 21 : Rhéogramme du chocolat G.....	53
Figure 22 : Rhéogramme du chocolat A.....	54
Figure 23 : Rhéogramme du chocolat B.....	55
Figure 24 : Rhéogramme du chocolat C.....	55
Figure 25 : Rhéogramme du chocolat D.....	56
Figure 26 : Rhéogramme du chocolat E.....	56
Figure 27 : Rhéogramme du chocolat F.....	57
Figure 28 : Rhéogramme du chocolat G.....	57

Abréviations

ATG : Analyse Thermogravimétrique

CD2 : Comprimé des dattes

DSC : Differential scanning calorimetry

DRX : Diffraction des rayons X

EAG : Equivalent d'acide gallique

IND : Indéterminé

PC : poudre de la caroube

PDS : poudre de la datte

MIN : Minimum

MAX : maximum

NM : Non Mentionné

I'OCCC : L'international Office of Cacao, Chocolat and Suger Confectionery

Introduction

Introduction

Le chocolat est produit et consommé depuis plus d'un siècle. Les méthodes de préparations ont évolué avec le temps, notamment avec le développement de l'industrialisation.

Le chocolat est un produit complexe. Les quatre ingrédients de base du chocolat sont la masse de cacao, le beurre de cacao, le lait en poudre et le sucre avec une teneur de 50 %.

La caroube et les dattes sèches sont connues par leur richesse en sucres (50-80% MS), elles sont plus riches que la canne à sucre et la betterave sucrière.

Vu cette composition, l'utilisation de la caroube et des dattes sèches dans les produits alimentaires sucrés, telles que le chocolat pourrait être une meilleure solution que l'utilisation du sucre blanc. A notre connaissance est selon la bibliographie, il n'existe aucune étude se rapportant à l'utilisation de la poudre de datte et la poudre de caroube dans le chocolat. Des travaux ont été réalisés sur la possibilité d'utilisation de la caroube et de la datte sèche en industrie agroalimentaire (Berrougui, 2007 ; Hamza, 2006 ; Benchabane, 1993 ; Boughanou, 1988) et pharmacologique, notamment comme antidiarrhéique (Gouar, 2011), leur richesse en fibres leur confère des vertus hypocholestérolémiantes et hypoglycémiantes. Les composés phénoliques qu'elles contiennent sont à l'origine de leur propriété antioxydante (Gouar, 2011).

Ce mémoire est consacré à l'étude du comportement rhéologique des différents chocolats à base de la poudre de datte et de caroube. Le but de cette étude consiste à évaluer la composition physico-chimique de la poudre de datte sèche (PDS) et la poudre de caroube (PC), et à décrire le comportement rhéologique du chocolat à base de la PDS et la PC en utilisant le modèle de Casson et le modèle d'Ostwald.

Dans ce présent travail, nous aborderons en premier lieu l'importance nutritionnel de la caroube et de la datte sèche dans l'introduction. Une synthèse bibliographique sur l'utilisation et la valorisation de ces produits dans divers domaines, la composition et la rhéologie du chocolat. Une partie expérimentale vient ensuite pour montrer les méthodes utilisées afin d'atteindre notre but. En dernier lieu, nous exposerons les résultats obtenus afin de les comparer à d'autres travaux cités dans la bibliographie.

Partie 1

Partie bibliographique

Partie1 : Partie bibliographique

Chapitre 1 : Caroube

I.1. Présentation du caroubier « *Ceratonia siliqua L* »

I.1.1. Taxonomie

Le nom scientifique du caroubier « *Ceratonia siliqua L.* » dérive du grec *keras* (corne) et du latin *siliqua* désignant une siliqua, il appartient à la sous-famille des césalpinées de la famille des légumineuses, est un arbre typiquement méditerranéen qui présente un intérêt très important en raison non seulement de son bois de qualité, mais surtout pour ses fruits les gousses de caroube qui font l'objet de transactions commerciales dont la valeur dépasse de loin celle de la production ligneuse (Jammeli, 2012).

I.1.2. Classification botanique

Le caroubier est un grand arbre de la famille des fabacées (tableau 1), cultivé dans les régions méditerranéennes pour son fruit la caroube (Quezel, 1962).

Tableau 1 : Classification botanique du caroubier (Quezel, 1962).

Nom scientifique	<i>Ceratonia siliqua L</i>
Famille	Fabacées
Sous-famille	<i>Caesalpinioideae</i>
Nom commun	Caroubier (kharroubier en marocain)

I.1.3. Description

Le caroubier est un arbre de taille moyenne 5 à 7 mètre de hauteur, pouvant atteindre exceptionnellement 15 mètre, sa longévité peut atteindre 500 ans. Les feuilles, grandes de 12 à 30 cm, alternés, persistantes, sont composées paripennées et comptent de 3 à 5 paires de folioles. Les fleurs, très petites, constituées d'un calice pourpre sont corolle, sont réunies en grappes axillaires cylindrique, elle apparaissant d'aout à octobre.

Le fruit est la caroube, c'est une gousse composée d'une pulpe à l'extérieur et des graines à l'intérieur, les gousses de caroube sont de grande taille avec une longueur de 10 à 30 cm, une largeur de 1,5 à 3,5 cm et une épaisseur de 1 à 2,5 cm, leurs poids varient de 15 à 40 g, de couleur brunes foncé à noire à maturité, forme aplatie, allongée ou courbée. Chaque gousse

renferme 5 à 16 graines brunes pesant chacune de 0,5 à 1 g, soit 10 à 20 % du son poids. (Jammeli, 2012).

I.2. Composition biochimique de la caroube

La composition de la caroube est présentée dans le tableau 2.

Tableau 2 : Composition biochimique des différentes pulpes de la caroube (Jammeli, 2012).

Composition	En %
L'humidité	10 à 16%
Les minéraux	1 à 3 %
Les protéines	3 à 6 %
Les lipides	0,2 à 1%
Les polyphénols	0,0408%
Les fibres	6 à 11.5 %

L'humidité de la pulpe de caroube est faible, elle varie de 10 à 16 % à maturité. Il est nécessaire pour assurer une bonne conservation de la récolte d'abaisser l'humidité de 10 à 12% après une exposition au soleil (Jammeli, 2012).

La pulpe et les graines sont les deux principaux constituants de la gousse du caroubier et représentent respectivement 90% et 10% de son poids total. Selon plusieurs auteurs, la composition chimique de la pulpe dépend, en générale, du cultivar, de l'origine et parfois de la période de récolte (Jammeli, 2012). Au fur et à mesure que la maturation avance (septembre à décembre), il se produit une accumulation accrue en glucides et une réduction en en phosphore, en calcium, en magnésium et en humidité. A partir du mois d'octobre, le taux de lipide remonte rapidement. Selon les conditions pédoclimatiques, la caroube contient entre 2 à 20 % des composés phénoliques (Bentalha, 2012).

Le fruit de caroube est constitué de 40% de sucre (glucose et du saccharose) ,35% d'amidon, 7% de protéines et des faibles proportions en magnésium, silice, fer et pectine (Bentalha, 2012).

I.3. Valeur nutritionnelle et propriétés fonctionnelle de la caroube

Le tableau 3 récapitule la valeur nutritionnelle de la farine de la caroube.

Tableau 3 : Composition moyenne de la farine de caroube (**Jammeli, 2012**).

Eau	3,6 g
Valeur calorique	220 kcal
Glucides	90 g
Protéines	4,6 g
Lipides	0,6 g
Provitamines A	8 mg
Calcium	350 mg
Magnésium	55 mg
Phosphore	80 mg
Potassium	830 mg
Fibres	40 mg

Les propriétés épaississantes de la caroube sont dues à la présence des galactomannanes. Les galactomannanes (GM) sont des polysaccharides hydrosolubles et neutres, isolés de l'endosperme de graines de caroube d'environ 70 espèces de l'égumineuse. Cependant, c'est seulement au 20^{ème} siècle que les galactomannane sont devenus des produits industriels. Ils ont de nombreuses utilisation comme agent épaississant dans l'industrie alimentaire (crème glacées, mayonnaises, sauces, produit boulangerie) (**Dakia, 2010**).

I.4. Synthèse des travaux sur l'utilisation et la valorisation de la caroube

Le fruit du caroubier ou la caroube, se compose d'une pulpe enveloppant des graines régulières. En effet la pulpe sucrée de la caroube est employée depuis longtemps comme nourriture de bétail à côté d'autres aliments comme la farine d'orge (**Ait Chitt, 2007**). La farine, obtenue en séchant, torréfiant et moulant les gousses après les avoir débarrassées de leurs graines, est employée surtout en agro-alimentaire, dans la préparation de jus sucrés, du chocolat, de biscuits et comme remplaçant de cacao (**Berrougui, 2007**). En Egypte, on extrait des fruits un sirop qui est employé pour confire les fruits. Les Arabes fabriquent avec la pulpe une boisson alcoolisée et les Kabyles fabriquent à partir du fruit un plat appelé tomina. De nombreuses études cliniques ont souligné l'efficacité de la poudre de caroube dans le traitement des diarrhées aiguës infantiles, ce qui a été confirmé par l'étude clinique menée par **Loeb (1989)** chez des enfants âgés de 3 à 21 mois, que le transit intestinal, la température et le poids de l'enfant s'amélioreraient plus vite après administration de la poudre de caroube par

voie orale. Selon **Rejeb (1995)** la pulpe est recommandée contre la tuberculose pulmonaire et les affections des bronches. Étant riche en antioxydants (composés phénoliques), en sucres, protéines, fibres, potassium et calcium, cette plante est connue en thérapeutique pour son effet hypocholestérolémiant, antiprolifératif, antidiarrhéique et troubles digestifs (**Gaouar, 2011**).

D'autres études expérimentales ont démontré les capacités bactéricides de la pulpe de caroube vis-à-vis de staphylococcus aureus; la caroube adsorberait aussi les entérotoxines produites par certaines souches d'Escherichia coli et de staphylocoques ainsi que par le vibron cholérique, ce mécanisme d'adsorption pourrait être expliqué par la présence de tanins dans la partie insoluble et active de la caroube. En plus de son pouvoir nématocide démontré par les travaux d'**El Allagui (2007)** qui est dû à sa teneur en composés phénoliques, la caroube possède aussi une activité antimicrobienne et antioxydante (**Ben Hsouna, 1986**). Selon l'étude récente de **Sanchez (2010)**, la caroube est une bonne source d'hydrates de carbone pour la production de bioéthanol. Quant aux graines de caroube, vu leur uniformité, elles sont appelées 'carats' et ont servi pendant longtemps aux joailliers comme unité de poids pour peser les diamants, les perles et d'autres pierres précieuses (1 carat = 205,3mg) (**Rjeb, 1995**). La gomme de caroube est extraite de l'albumen des graines de Ceratonia siliqua du fait de sa richesse en galactomannanes (unités de β -D-mannose et de α -D-galactose), issue de l'endosperme elle constitue le 1/3 du poids total de la graine ; 100kg de graines produisent en moyenne 20kg de gomme pure et sèche. Cette gomme est utilisée dans l'agro-alimentaire comme épaississant connu sous le code normalisé E410, la confiserie, le secteur cosmétique, pharmaceutique et aussi dans les préparations alimentaires diététiques, pour diminuer l'apport alimentaire dans le traitement de l'obésité ; et en cas d'insuffisance rénale chronique, elle retiendra dans le tube digestif, l'urée, la créatinine, l'acide urique, l'ammoniaque et les phosphates provoquant un abaissement important et bénéfique du taux d'urée dans le sang. Elle est aussi utilisée dans la fabrication d'un condiment aromatique du Sénégal appelé nétéu. Selon **Coit (1967)**, la gomme de caroube est utilisée en imprimerie, photographie, matière plastique, encre et cirage. La gomme de caroube peut être utilisée comme substitut de la pectine, de la gélatine, comme stabilisateur alimentaire, pour la croissance bactérienne et d'autres applications dans le textile. En plus de toutes ces vertus, l'étude de **Parrado (2008)** a démontré que la gomme de caroube, lorsqu'elle est utilisée comme biofertilisant après avoir été transformée en un extrait enzymatique hydrosoluble, exerce une action phyto-hormonale bénéfique et significative sur la croissance de la plante, le nombre de fleurs et le nombre de fruits par plant (**Gaouar, 2011**).

Dans une étude réalisée par **Hamza (2006)** sur l'extraction de la gomme des graines de la caroube, il a été démontré que la gomme des graines de caroube présente les mêmes caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques que celles des produits traditionnellement utilisés. Le pouvoir stabilisant de la gomme de caroube est plus intéressant, voire même pour des concentrations plus faibles que celles utilisées par les autres produits. Le rendement et le coût de l'extraction sont aussi intéressants.

Un autre travail sur la valorisation de la caroube a étudié la possibilité d'élaborer un jus à partir des gosses entières de caroube par extraction hydrique. Les principaux résultats montrent que le jus de caroube obtenu est riche en solide solubles (51,74 g/100g de matière sèche) (**Jammeli, 2012**).

La caractérisation physico-chimique du jus de caroube a montré que l'ajout de 2 % de l'extrait enzymatique riche en pectinase augmente le rendement en jus et diminue d'une façon remarquable la viscosité et la turbidité du jus (**Jammeli, 2012**).

Dans une autre étude sur l'incorporation de la poudre de caroube avec la poudre du gland de chêne vert et les écorces d'orange dans l'alimentation de poulet de chair en substitution partielle du maïs, il a été trouvé que : l'incorporation de la farine de caroube à un pourcentage de 20 % a amélioré les paramètres zootechniques des poules avec l'augmentation du pourcentage des AGI par rapport au lot témoins (**Medouni, 2013**).

Chapitre 2 : Datte

II.1. Définition

La datte est le fruit de dattier, de forme généralement allongée, à une seule graine dit noyau, ayant une consistance dure, entourée d'une partie comestible dite chair ou pulpe.

La partie comestible de la datte est constituée d'un péricarpe ou enveloppe cellulosique fine dénommé peau (Fig. 1), un mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucre et de couleur soutenue, un endocarpe de teinte plus claire et de texture fibreuse, parfois réduit à une membrane parcheminée entourant le noyau (**Espiard, 2002**).

Les dimensions de la datte sont très variables, de 2 à 8 cm de longueur et d'un poids de 2 à 8 grammes selon les variétés (**Djerbi, 1994**). Leur couleur va du blanc jaunâtre au sombre très foncé, presque noir, en passant par les couleurs ambres, rouges, bruns (**Espiard, 2002**).

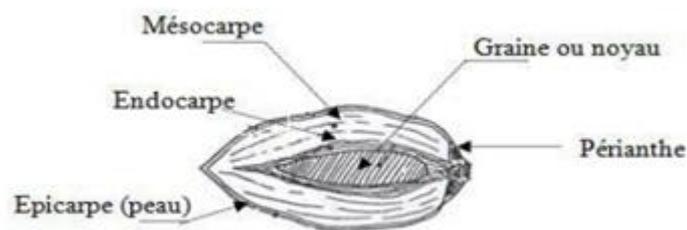


Figure 1 : Coupe longitudinale du fruit de datte (**Munier, 1973**).

II.2. Classification des dattes

D'après **Espiard (2002)**, la consistance de la datte est variable. Selon cette caractéristique, les dattes sont réparties en trois catégories :

II.2.1. Dattes molles

Avec un taux d'humidité supérieur ou égal à 30 %, elles sont riches en sucres invertis (fructose, glucose) tel que ghars, hamraia, litima...etc.

II.2.2. Dattes demi-molles

Avec 20% à 30% d'humidité, elles occupent une position intermédiaire à l'exception de la Deglet-Nour, datte riche en saccharose par excellence (**Benchabane, 2007**).

II.2.3. Dattes sèches

Dattes dures, avec moins de 20 % d'humidité, riche en saccharose. Elles ont une texture farineuse tel que Mech-Degla, Degla-Beida... etc.

II.3. Composition biochimique de la datte

Le tableau 4 indique la composition biochimique de la pulpe de datte « *Mech-Degla* ».

Tableau 4 : Composition biochimique de la pulpe de datte « *Mech-Degla* ».

Constituants	Valeur moyenne	Références
Eau	14,71 %	Noui (2007)
Protéines	2,46 %	
Sucre totaux	63,8%	
Fibres	0,7-5,5%	Bousdira (2007)
Lipides	0,27%	Amellal (2008)
Polyphénol totaux	1,97%	
Cendres	1,87%	Messaid (2008)

II.3.1. Constituants majeurs de la pulpe

II.3.1.1. Eau

La teneur en eau de la pulpe est 14,71% du poids frais, cette limite est favorable à une bonne conservation (**Noui, 2007**).

II.3.1.2. Sucres

Les sucres sont les constituants majeurs de la datte. D'après l'étude de **Noui (2007)** la datte *Mech-Degla* contient 63,8% de sucre totaux et contient principalement trois type de sucre qui sont : le saccharose, le fructose et le glucose.

II.3.1.3. Fibres

Selon **Bousdira (2007)** les dattes sèches contiennent 0,7 à 5,5% de fibre. Les constituants pariétaux de la datte sont : la pectine, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine (**Benchabane, 1993**).

II.3.1.4. Composés phénoliques

La teneur en polyphénol totaux selon l'étude d'**Amellal (2008)** est 1,97% EAG \approx 19,73mg/g. L'analyse quantitative des composés phénolique de la datte a révélé la présence des acides cinnamique, des flavones, des flavanones et des flavonols (**Mansouri, 2005**).

II.3.2. Constituants mineurs de la pulpe

II.3.2.1. Protéines

Les dattes présentent des teneurs faibles en composés protidique, Selon **Noui (2007)** la pulpe de *Mech-Degla* contient 2,46% de protéine.

II.3.2.2. Lipides

La datte renferme une faible quantité de lipides, selon **Amellal (2008)** le taux de lipides de la variété *Mech-Degla* est 0,270 %.

II.3.2.3. Eléments minéraux

La datte est l'un des fruits les plus riches en éléments minéraux (tableau 5) essentiellement le potassium, le magnésium, le phosphore et le calcium (**Benahmed, 2012**).

Tableau 5 : Composition minérale moyenne de la datte « *Mech-Degla* » en mg/100g (**Chibane, 2007**).

Éléments	Valeur moyenne (en mg/100g)
Potassium K	678
Calcium Ca	278,95
Magnésium Mg	2,28
Sodium Na	34
Fer	0,99
Zinc	1,27
Cuivre Cu	0,13

II.3.2.4. Vitamines

La composition vitaminique moyenne de la datte sèche est présentée dans le tableau 6.

Tableau 6 : Composition vitaminique moyenne de la datte sèche (Favier, 1993).

Vitamines	Teneur moyenne pour 100g
Vitamine C	2,00 mg
Thiamine (B ₁)	0,06 mg
Riboflavine (B ₂)	0,10 mg
Niacine (B ₃)	1,70 mg
Acide pantothénique (B ₅)	0,80 mg
Vitamine (B ₆)	0,15 mg
Folates (B ₉)	28,00 µg

II.3.3. Composition biochimique de la partie non comestible « noyau »

Le noyau présent 7 à 30 % du poids de la datte (Espiard, 2002). Le tableau 7 récapitule la composition biochimique moyenne de noyau de datte « Mech-Degla ».

Tableau 7 : Composition biochimique moyenne de noyau de datte « Mech-Degla » (Lecheb, 2010).

Constituants	Valeurs moyennes (% , MS)
Eau	7,87
Protéines	5,33
Sucre totaux	3,94
Lipides	12,13
Cendres	1,21
Mg (mg/100g)	42,5
Zn (mg/100g)	3,11
Fe (mg/100g)	5,11

II.4. Valeur nutritive de la datte

La datte constitue un excellent aliment, de grande valeur nutritive et énergétique (**Gilles, 2000**) :

- La forte teneur en sucre confère à ces fruits une grande valeur énergétique.
- Une teneur intéressante en sucre réducteurs facilement assimilables par l'organisme.
- Les protéines de la datte sont équilibrées quantitativement, mais en faible quantité.
- Un apport important en élément minéraux. Les dattes sont riches en minéraux plastiques : Ca, Mg, P, S et en minéraux catalytiques : Fe, Mn. Elles sont reminéralisantes et renforcent notablement le système immunitaire (**Albert, 1998**).
- Le profil vitaminique de la datte se caractérise par des teneurs appréciables en vitamines du groupe B. Ce complexe vitaminique participe au métabolisme des glucides, des lipides et des protéines (**Tortora, 1987**)

II.5. Valorisation et transformation des dattes

La datte a toujours, été depuis des temps immémoriaux, un élément très important de l'alimentation, tant pour les humains que pour les animaux, dans toutes les contrées du la Méditerranée (**Estanove, 1990**).

Pour aider le planteur de dattes à trouver de sérieux débouchés pour sa récolte, il est nécessaire que les recherches se focalisent sur les utilisations autres que la consommation traditionnelle, c'est-à-dire sur la fabrication de sirop ou miel, de boissons non alcoolisées, de farines, de produits de confiserie, etc, sans oublier la valorisation des sous-produits tels que les déchets et les dattes de faible qualité commerciale, qui sont des substrats de choix pour la production de substances à fortes valeur ajoutée, source de revenus supplémentaires pour les agriculteurs (**Benchabane, 1993**).

Aujourd'hui, grâce aux procédés biotechnologiques, il est possible de mettre sur le marché local et même international, une nouvelle génération de produits. Effectivement, les produits et sous-produits du palmier dattier riche en sucres fermentescibles (65%), constituent des substrats de choix pour la production de nombreuses substances à forte valeur ajoutée dont l'impact socio-économique est considérable tant du point de vue de la création d'emplois que de la mise à la disposition des consommateurs de substances stratégiques fortement prisées et souvent importées à coup de devise forte (**Briki, 2013**).

Les principaux travaux de contribution sur l'utilisation et la valorisation des dattes sèches sont :

La production du vinaigre à partir des déchets de datte par voie biologique, après une double fermentation (**Boughanou, 1988**). Les résultats des analyses chimique, biologique et organoleptique d'affirment que le produit élaboré (vinaigre de déchets de dattes) répond aux normes. Le jus de datte extrait a un taux de sucre de 160 g/l, donne un vin à 8,5° alcoolique, le rendement de métabolisation des sucres en éthanol est de 56,6 %. L'acétification a été réalisé en aérobiose dans un acétatorfrings en continu et en discontinu, le vinaigre présente une acidité (exprimée en acide acétique) de 8,5%, le rendement d'acétification est de 80,7%.

L'incorporation de l'extrait hydro alcoolique de datte sèche dans la margarine n'a pas amélioré la résistance à l'oxydation de celle-ci. Les résultats obtenus montrent que l'extrait hydroalcoolique est doté d'un pouvoir antioxydant important (**Djouab, 2007**).

Dans une autre étude, il a été prouvé que l'extrait de dattes sèches variété *Mech-Degla* peut être utilisé comme source de carbone pour la production de la biomasse en agissant sur l'apport de substrat sucré (**Mechraoui, 2009**).

Les résultats d'une étude sur l'utilisation des dattes sèches dans l'alimentation animale montrent que ces sous-produits peuvent être largement utilisés comme aliment grossier, et les rebuts de datte comme aliment concentré (**Chahma, 2001**).

Dans une étude publié récemment sur l'aptitude technologique de quelque variété commune des dattes : formulation d'un yaourt naturellement sucré et aromatisé. La poudre des dattes a été utilisée avantageusement dans un produit laitier comme ingrédient naturel de substitution de sucre blanc, des colorants et des gélifiants. L'addition des poudres de datte des trois cultivars (*Mech-Degla*, *Degla-Baida* et *frezza*) dans le yaourt permet d'obtenir des yaourts enrichis en minéraux (Ca, Na, k, Mg, Zn, et surtout le Fe et le Mn), en protéines, en matière grasse (**Amellal, 2008**).

Le sirop de datte a été utilisé dans la formulation des compotes à base de pomme et d'abricot. Les résultats obtenus montrent que les compotes élaborées sont plus riches en substances phénoliques et sont dotées d'activités anti-oxydantes plus élevées par rapport à celle produits à base de saccharose (**Noui, 2017**). Le sirop de datte a été utilisé comme substituant du sucre blanc dans l'élaboration d'une crème glacée. Les résultats obtenus relatifs aux propriétés physico-chimiques et microbiologiques montrent que les crèmes glacées élaborées sont conformes et rependent aux normes (**Mahtout, 2017**).

La substitution partielle ou intégrale de la farine du blé et du sucre blanc par la poudre de datte variété « *Mech-Degla* » permet d'élaborer un biscuit avec une qualité organoleptique acceptable (**Deboub, 2015**).

La matière grasse du noyau des dattes a été incorporée dans une crème cosmétique hydratante de soin de type bio. Les résultats obtenus montrent que la valorisation des noyaux de dattes dans des applications aussi bien alimentaires et que non alimentaires est possible (**Lecheb, 2010**).

L'huile du noyau de datte a été incorporée dans une margarine de table. L'huile a été obtenue par un extracteur soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant d'extraction. Les résultats obtenus, montrent que les noyaux de dattes de la variété « *Mech-Degla* » représentent 8,59 à 13,16 % de matière grasse et un taux d'humidité de 5%. L'huile de noyau des dattes est riche en caroténoïdes et présente une teneur faible en polyphénols et flavonoïdes. La margarine enrichie en huile du noyau de datte résiste mieux à l'oxydation que la margarine témoin (**Kaanin, 2011**).

Les dattes sèches ont été utilisées pour la production d'aliments fonctionnels, diététique ou compléments alimentaires sous forme de pastilles. Les résultats obtenus sont « très concluants » et montrent que les comprimés de dattes peuvent être utilisés comme support des extraits de plantes pharmaceutique (**Benamara, 2013**).

Des agents effervescents (acide citrique, acide tartrique et bicarbonate de sodium), ont été utilisés pour l'élaboration des comprimés effervescente à base de la poudre de dattes *Mech-Degla*. D'après les analyses statistique et selon le test de duncan ($p < 0,05$), le choix est porté sur la proportion d'agent effervescent de 35 % avec les comprimés CD2 pour une granulométrie (160-200 μm) avec un temps de 3mn 37sec (**Babouri, 2012**).

Chapitre 3 : Chocolat

Les premières plantations connues de cacao datent du VII^e siècle et sont originaires du sud-est du Mexique. Le chocolat était alors consommé en tant que boisson. Cette boisson a été importée en Europe lors des conquêtes espagnoles au début du XVI^e siècle mais ce n'est qu'au milieu du XIX^e siècle que la première barre chocolatée est produite en Angleterre (Becu, 2012).

III.1. Composition du chocolat

La matière grasse est une des composantes principales du chocolat. Dans ce chapitre nous décrivons brièvement l'histoire, la composition et la production du chocolat. Nous montrons également l'importance du polymorphisme cristallin du beurre de cacao dans la production du chocolat.

Les quatre ingrédients de base du chocolat sont la masse de cacao, le beurre de cacao, le sucre et le lait en poudre. Il est fréquent d'y ajouter un émulsifiant tel que la lécithine de soja. Le tableau 8 indique la quantité de chaque ingrédient que doit contenir le produit selon les normes européennes (directive 2000/36/CE) afin de pouvoir être appelé chocolat, chocolat au lait ou chocolat blanc. Les valeurs sont exprimées en pourcentage en masse de matière sèche, c'est-à-dire en pourcentage en masse du chocolat déshydraté. Le chocolat contient maximum 1% d'eau, les valeurs données au tableau 8 peuvent donc être assimilées à des pourcentages en masse de produit fini. Au niveau de la terminologie, dans la directive européenne, nous remarquons que le chocolat noir est appelé simplement "chocolat". Cependant, dans la suite de ce travail, le terme chocolat est utilisé pour désigner les différentes sortes de chocolat. Les différents chocolats sont appelés chocolat noir, chocolat au lait et chocolat blanc (Becu, 2012).

Dans cette directive, il est aussi mentionné que le chocolat peut contenir jusqu'à 5% de matière grasse végétale autre que le beurre de cacao. Cela doit alors être précisé sur l'emballage. Cependant c'est aussi la qualité des ingrédients qui font du chocolat belge un chocolat de renommée internationale et il est très rare que les artisans aient recours à cet artifice (Becu, 2012).

Tableau 8 : Composition requise (en pourcentage en masse) pour différents chocolats suivant les normes européennes. NM= Non Mentionné (Becu, 2012).

Dénomination	Matières sèches de cacao	Beurre de cacao	Cacao sec dégraissé	Matières sèches de lait	Matières grasses de lait	Matière grasse totale	Sucre
Chocolat	Min 35	Min 18	Min 14	0	0	NM	NM
Chocolat au lait	Min 25	NM	Min 2,5	Min 14	Min 3,5	Min 25	Max 55
Chocolat blanc	0	Min 20	0	Min 14	Min 3,5	NM	Max55

La masse de cacao est la deuxième principale composante du chocolat. La composition biochimique des fèves de cacao et des produits à base de cacao est très complexe car elle change tout au long de la vie de la fève, et dépend des traitements qu'elle reçoit. La composition de cacao en poudre est illustrée dans le tableau 9 :

Tableau 9 : Composition biochimique de la poudre de cacao (Pietersen, 2013)

Constituants	Teneur /100g	Constituants	Teneur /100g
Eau	3g	Zinc	3,5mg
Protides	18-22g	fer	10-12mg
Lipides	25-30g	Acide Oxalique	0,47g
Glucides	40g	Théobromine	2,3g
Valeur caloriques	500 kcal	caféine	68mg
Minéraux	6,5g	Vitamine B1	0,13mg
Calcium	100-120mg	Vitamine B2	0,40mg
Magnésium	400-500mg	Vitamine B3	2,70mg
Potassium	1,5g	Vitamine B6	0,14mg
Phosphore	0,65g	Vitamine B9	0,038mg

III.2. Production du chocolat

III.2.1. Du traitement post récolte au cacao marchand

Les fruits du cacaoyer se présentent sous la forme de cabosse contenant 30 à 50 graines. Dès qu'il est à maturité, le fruit est cueilli et ouvert manuellement. Les graines qui en sont extraites sont recouvertes d'une pulpe blanche, elles sont entassées pour l'étape de fermentation. Les graines vont fermenter pendant 5 à 7 jours.

Cette fermentation a pour conséquence de débarrasser les graines de leur pulpe et de déclencher des réactions biochimiques qui entraînent le développement des précurseurs d'arôme, la réduction du goût amer et de l'astringence et une modification de la couleur des fèves qui deviennent brunes. L'arôme et le goût du cacao sont en grande partie déterminés par la fermentation, c'est la première étape déterminante dans le développement du goût du chocolat.

À la fin de la fermentation, les graines contiennent environ 60% d'eau. Afin de pouvoir les conserver pour les stocker et les transporter, les graines doivent être séchées. Deux techniques peuvent être appliquées. Soit le séchage naturel qui consiste simplement à étaler les graines au soleil à même le sol. Soit le séchage artificiel où de l'air chaud est soufflé sur les graines. Cette opération de séchage permet aussi d'éliminer une partie de l'acide acétique présent. À la suite de cette opération, les graines sont appelées fèves de cacao (**Becu, 2012**).

III.2.2. Du cacao marchand à la pâte de cacao

Les fèves de cacao sont nettoyées et ensuite torréfiées. Les fèves sont chauffées à des températures allant de 100 à 150°C pendant environ 30 minutes. Cette opération a pour effet de diminuer l'humidité de la fève et de rendre sa coque plus friable et donc plus facile à éliminer. Une autre conséquence de la torréfaction est le développement de l'arôme du cacao, c'est la seconde étape qui a un impact déterminant sur le goût du chocolat.

Ensuite, les fèves sont décortiquées. Débarrassées de leur coque, elles sont alors broyées. Le produit récupéré à l'issue du broyage est ce qu'on appelle la masse de cacao. À ce stade, la taille des particules de cacao est de l'ordre de 20 à 30 μm (**Becu, 2012**).

III.2.3. De la masse de cacao au beurre de cacao et au cacao en poudre

La pâte de cacao est pressée de façon à en extraire le maximum de liquide. Le liquide extrait est le beurre de cacao et la masse solide résiduelle est ce qu'on appelle le tourteau de cacao.

Le tourteau est moulu et on obtient la poudre de cacao. En général la poudre de cacao contient encore environ 20% de matière grasse. Cependant, en fonction de la pression appliquée au tourteau, il est possible d'extraire encore plus de matière grasse. On produit alors ce qu'on appelle de la poudre de cacao maigre contenant un résidu d'environ 10% de beurre de cacao. Avant d'être commercialisé, le beurre de cacao est désodorisé par lavage à la vapeur et filtré afin d'éliminer toutes traces de particules solides (Becu, 2012).

III.2.4. Fabrication du produit fini

Figure 2, illustre les différentes étapes pour obtenir du chocolat liquide ou solide.

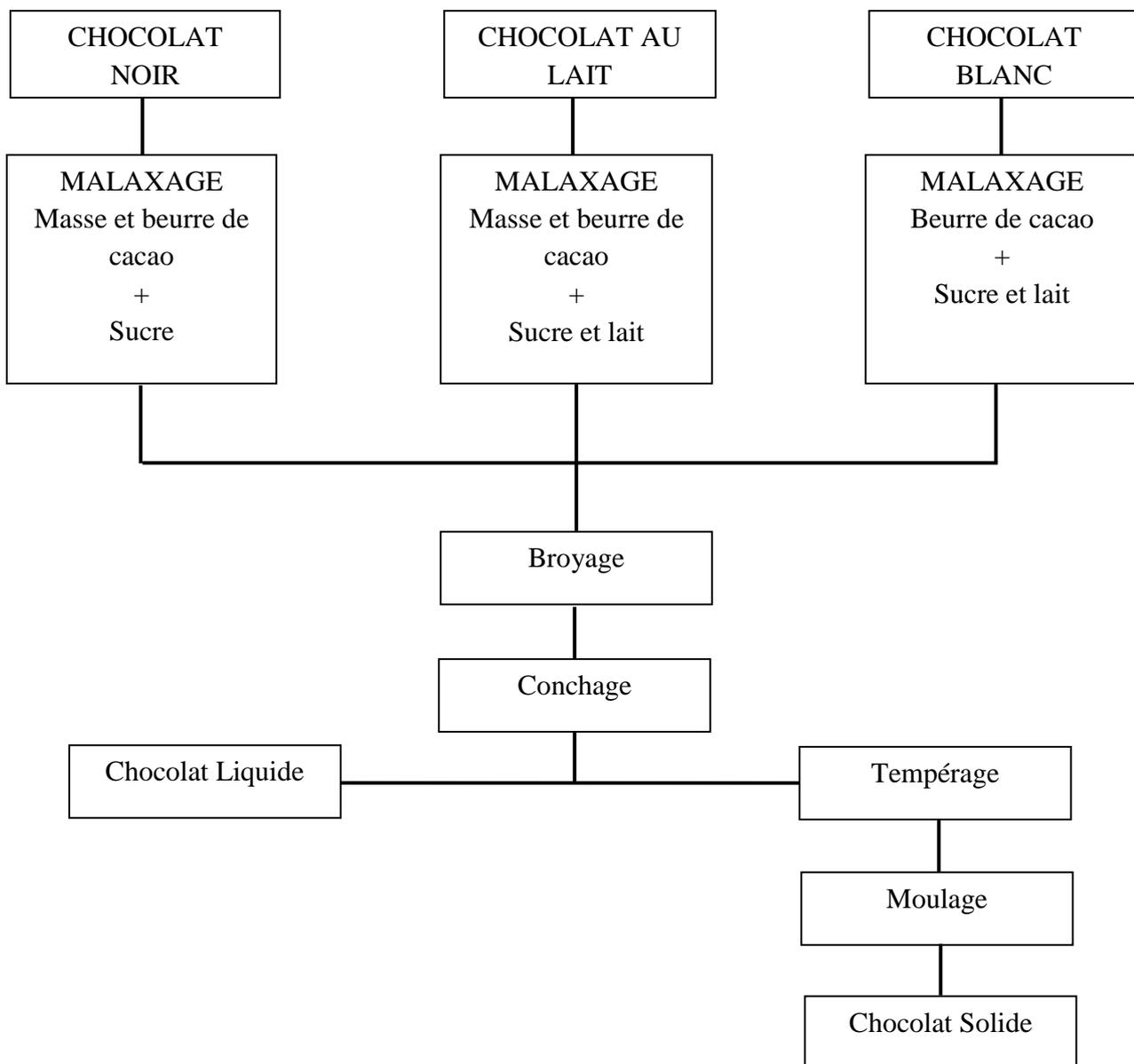


Figure 2 : Schéma de fabrication des différents chocolats (Becu, 2012).

La première étape est donc d'établir la recette en fonction du produit désiré. Il faut par exemple peu de sucre si un chocolat plutôt amer est souhaité. Tous les ingrédients sont introduits dans un mélangeur où ils sont malaxés jusqu'à obtenir une masse homogène. Ce mélange est ensuite broyé de manière à obtenir un chocolat où l'ensemble des particules solides ont une taille comprise entre 15 et 35 μm . La distribution en taille des particules a une influence sur la qualité du produit fini. Si les particules ne sont pas suffisamment petites (taille supérieure à 40 μm), le chocolat aura une texture et un aspect granuleux (**Becu, 2012**).

L'étape suivante est le conchage. Cette opération s'effectue dans des grandes cuves appelées conche ou le chocolat est brassé pendant plusieurs heures à une température d'environ 80 °C. Ce brassage va provoquer une élévation de température ce qui va permettre l'évaporation d'une partie de l'eau résiduelle. Lors de cette évaporation des composés volatiles vont être entraînés avec la vapeur, notamment des arômes indésirables tels que l'acide acétique. De plus, des frictions entre les particules solides vont être occasionnées ce qui va permettre aux arômes du cacao de se développer et aux particules de sucre de prendre le goût de cacao. C'est la troisième étape déterminante dans l'élaboration du goût du chocolat. Cette opération va également avoir un impact sur la viscosité du chocolat, au plus l'agitation est intense et longue, au plus la viscosité est faible.

À ce stade le chocolat liquide est prêt. Pour faire du chocolat solide de qualité une étape supplémentaire est nécessaire : *le tempérage*. Cette opération va permettre d'avoir un chocolat lisse et brillant avec la dureté et le fondant approprié. Comme évoqué précédemment, les différents types de cristaux présents dans le chocolat fondent à des températures différentes. La fonte du chocolat se déroule donc sur une plage de températures de fusion. Le principe du tempérage est de jouer sur la température de cristallisation pour se débarrasser de certaines formes cristallines et en favoriser d'autres. Le but de tempérage est que le beurre de cacao se solidifie sous la forme cristalline souhaitée qui dans ce cas est une forme β .

La méthode classique de tempérage se déroule en cuve agitée ou dans des échangeurs de chaleur. Le chocolat est fondu à environ 40/45°C de manière à éliminer toutes formes cristallines éventuellement présentes. Ensuite le chocolat est fortement refroidi, généralement via un système de régulation thermique à double enveloppe. Sur les parois froides, le chocolat cristallise immédiatement et toutes les formes cristallines apparaissent. Il est alors raclé et remélangé à la masse de chocolat liquide. Après, la température est remontée à 31°C pour faire fondre les formes instables mais maintenir la forme cristalline désirée qui va servir d'amorce à la cristallisation de l'ensemble de la masse de chocolat. Le chocolat est alors prêt

à être moulé. Le cisaillement va, entre autres, déterminer le temps pendant lequel on va pouvoir travailler le chocolat avant qu'il cristallise totalement. Plus le cisaillement est élevé, plus le temps d'induction de la cristallisation est court.

Une autre méthode de tempérage plus récente est le tempérage par ensemencement. Il n'est plus nécessaire de faire varier la température. Il suffit d'amener le chocolat fondu à environ 31°C et d'y ajouter des pastilles de beurre de cacao déjà cristallisées sous la bonne forme. Dès que les pastilles sont réparties de manière homogène dans le mélange le chocolat est prêt à être moulé.

Après le tempérage, le chocolat est automatiquement déversé dans des moules qui sont entraînés sur un tapis roulant. Le moulage est effectué d'environ 32°C pour le chocolat noir, et 29°C pour le chocolat au lait. Les moules sont ensuite engagés dans un tunnel réfrigéré entre 10°C et 12°C. A la sortie du tunnel réfrigéré, le chocolat qui a subi une rétraction peut se démouler facilement.

III.2.5. Cristallisation du beurre de cacao

Le beurre de cacao est constitué de trois acides gras majoritaires : l'acide palmitique (P) et l'acide stéarique (S) qui sont saturés et l'acide oléique (O) qui possède une insaturation. Ces acides gras forment principalement trois triglycérides, POP, POS et SOS, qui représentent plus de 80% en masse du beurre de cacao (**Becu, 2012**).

Le beurre de cacao peut exister sous six formes cristallines différentes. Elles ont été identifiées par Wille et Lutton en 1966 (**Becu, 2012**). Ils leur ont attribué un chiffre romain allant de I à VI suivant les températures de fusion croissantes. C'est la nomenclature la plus utilisée dans l'industrie du chocolat (Tableau 10). La forme γ , qui s'appelle parfois sub- α , est une structure vitreuse très instable. Les formes β sont les plus stables, elles ont un empilement de chaîne triple alors que les formes β' ont un empilement de chaîne double (**Becu, 2012**).

Tableau 10 : Nomenclatures et températures de fusions des différentes formes cristallines du beurre de cacao (**Becu, 2012**).

Formes		Température de fusion	
selon Wille et Lutton	selon Larsson	selon Wille et Lutton	selon Van Malssen et al
I	γ	17.3	De -5 à 5
II	α	23.3	De 17 à 22
III	β'_2	5.5	De 20 à 27
IV	β'_1	27.5	
V	β_2	33.8	De 29 à 34
VI	β_1	36.3	

Par la suite d'autres auteurs ont trouvé différentes températures de fusions pour les six formes cristallines du beurre de cacao (**Becu, 2012**). Les travaux plus récents de Van Malssen (**Becu, 2012**) montrent que la distinction entre les différentes formes cristallines du beurre de cacao n'est pas aussi évidente que suggérée par Wille et Lutton. Van Malssen et al. N'ont identifié que cinq formes cristallines dans le beurre de cacao et suggèrent un domaine d'existence de la forme β' . Ils ont identifié deux formes β distinctes mais ne leur attribuent pas une température de fusion précisément définie (**Becu, 2012**).

Les formes cristallines ont une plage de températures de fusion plutôt qu'une valeur précise. La température de fusion de la forme γ définie par Van Malssen et al. Est significativement plus faible que celle proposée par Wille et Lutton (voir tableau 10). Ceci est principalement dû au fait que cette forme est très instable et se transforme très rapidement en forme α ce qui rend la détermination de sa plage de fusion difficile (**Becu, 2012**).

Les différences observés entre les différentes formes β' sont graduelles et semblent continues. Ces faibles variations ne permettent pas de faire des distinctions précises entre les forme β' . Van Malssen et al. Suggèrent que le beurre de cacao solide est un conglomérat de cristaux ayant chacun une plage très étroite de température de fusion. Cette température de fusion dépend de la composition en triglycérides du cristal. La fonte complète du beurre de cacao représenterait alors l'ensemble des plages de fusion de chaque cristal.

En se basant sur les gammes de températures de fusion du beurre de cacao et les propriétés thermodynamiques des matières grasses, nous pouvons dire que la forme I est très instable, elle fond à faible température, elle n'est donc pas présente dans le chocolat à température ambiante. Lorsqu'elle apparaît, elle se transforme rapidement en forme II qui à son tour se transforme, bien que moins rapidement, en forme III et IV. La forme IV est moins compacte que la forme V. Un chocolat qui cristallise principalement sous la forme IV n'est pas croquant. De plus, après quelques jours les formes IV se transforment en forme V qui est une forme plus dense, le chocolat va alors se contracter. Du beurre de cacao liquide est toujours présent dans le chocolat, même à température ambiante. Lors d'une transformation polymorphique vers un état d'énergie libre plus faible de l'énergie est libérée. Suite à la combinaison de ces effets, il peut y avoir une migration des triglycérides entre les particules solides. Il se peut alors qu'un phénomène de recristallisation prenne place et que des cristaux plus gros soient formés, ce qui peut donner un aspect blanc/gris au chocolat. C'est ce qui s'appelle le blanchiment gras (**Becu, 2012**).

C'est, entre autre, pour éviter ce phénomène de blanchiment qu'il est important de s'assurer que le chocolat cristallise sous la forme V. Cette forme est rigide, elle rend le chocolat croquant, lui donne un aspect lisse et brillant et a une bonne résistance au blanchiment. De plus lorsque le chocolat est coulé dans un moule, il se contractera en cristallisant et le démoulage sera facilité. La forme VI est plus stable que la V mais elle ne se forme que par transformation polymorphique à l'état solide à partir de la forme V, et pas directement à partir du beurre de cacao liquide. Après quelques jours, quelques mois, ou parfois des années en fonction des conditions de stockage, les formes V vont se transformer en formes VI. Cela peut mener aux mêmes effets de blanchiment que pour la transformation de la forme IV vers la forme V mais plus lentement (**Becu, 2012**).

Chapitre 4 : Rhéologie du chocolat

IV.1. Introduction

La rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement d'un fluide sous l'action d'une contrainte. Trois grandeurs sont principalement utilisées pour décrire le comportement rhéologique d'un fluide : la viscosité, la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesse.

Dans ce chapitre nous commençons par expliquer les principes de rhéologie des suspensions (ca particulier du chocolat). Nous appliquons la méthode standard établie pour mesurer la viscosité du chocolat afin de déterminer le comportement rhéologique de notre chocolat.

IV.2. Rhéologie des suspensions – Cas particulier du chocolat

IV.2.1. Définitions

La viscosité, η , est définie comme la résistance du fluide à l'écoulement due aux frottements, elle s'exprime en Pa.s. L'expression reliant la contrainte de cisaillement, le gradient de vitesse et la viscosité est la suivante :

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

Le comportement rhéologique d'un fluide est représenté par sa courbe d'écoulement, encore appelée Rhéogramme où la contrainte de cisaillement est portée en fonction du gradient de vitesse. Il est également possible de tracer la courbe de viscosité où c'est la viscosité qui est portée en fonction du gradient de vitesse.

Les fluides sont classés en trois catégories : les fluides newtoniens, les fluides non newtoniens et les fluides viscoélastiques. Au sein des fluides non newtoniens, nous distinguons encore deux catégories de fluides : les fluides dont la viscosité est indépendante de l'historique de l'écoulement et ceux dont la viscosité varie en fonction de l'historique de l'écoulement du fluide. Nous les dénommons respectivement fluides indépendants du temps et fluides dépendants du temps.

IV.2.2. Fluides non newtoniens

La viscosité des fluides non newtoniens varie avec la contrainte de cisaillement (Fig. 3). Dans ce cas le rapport entre la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesse est ce que nous appelons la viscosité apparente.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

Où : η est la viscosité apparente [Pa.s].

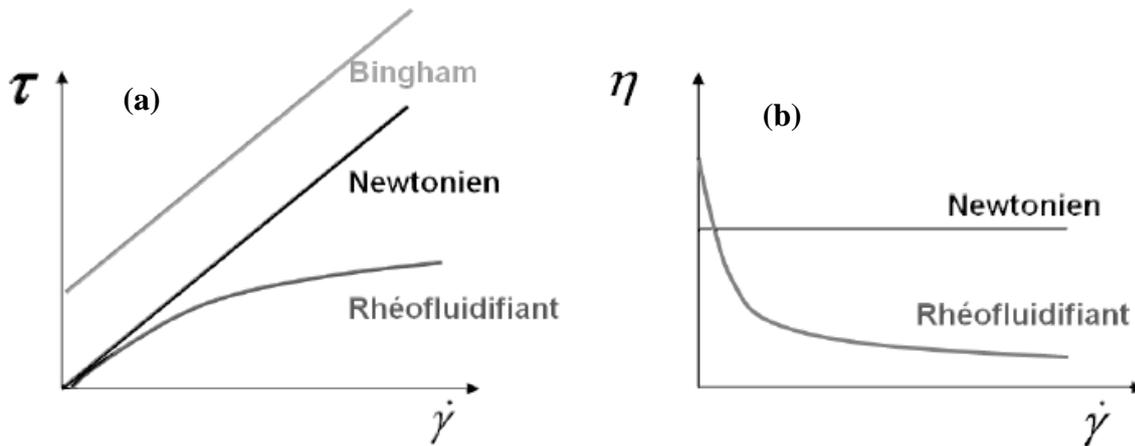


Figure 3 : (a) Rhéogramme pour un fluide newtonien (courbe noir), un fluide rhéofluidifiant (courbe grise foncée) et un fluide de *Bingham* (courbe grise claire) et (b) courbe de viscosité pour un fluide newtonien (courbe noire) et un fluide rhéofluidifiant (courbe grise) (**Becu, 2012**).

Les fluides non newtoniens indépendants du temps

La viscosité de ces fluides dépend du gradient de vitesse et plusieurs paramètres sont généralement nécessaires pour décrire leur comportement. Une relation fréquemment utilisée est la relation en puissance d'Ostwald (**Becu, 2012**). Nous nous basons sur cette équation pour décrire les différents comportements rhéologiques non newtoniens indépendants du temps.

$$\tau = m \dot{\gamma}^n$$

Soit : m : un paramètre de consistance [Pa.s], n : un paramètre d'écoulement.

Si $n < 1$, le fluide est dit rhéofluidifiant, sa viscosité apparente diminue pour des vitesses de cisaillement croissantes. Un rhéogramme et une courbe de viscosité typique de ce genre de fluide sont représentés à la figure 3. Ce comportement rhéofluidifiant est fréquemment observé pour des suspensions concentrées ou des polymères.

Si $n > 1$, le fluide est dit rhéoépaississant, sa viscosité apparente augmente pour des vitesses de cisaillement croissantes. Ce type de comportement est assez rare mais a déjà été observé pour des suspensions très concentrées (**Becu, 2012**).

Il se peut qu'un fluide reste immobile si la force appliquée au système est insuffisante. Il faut alors dépasser une valeur critique de contrainte de cisaillement pour mettre le fluide en mouvement. Ces fluides sont appelés fluides plastiques ou fluides de *Bingham*.

Les fluides non newtoniens dépendants du temps

La viscosité peut dépendre du gradient de vitesse et également de l'historique de l'écoulement du fluide, c'est à dire que pour un gradient de vitesse constant, la viscosité apparente varie au cours du temps. La cause la plus courante d'un comportement dépendant du temps est la formation au sein du fluide de structures que l'écoulement peut perturber. Dans ce cas la viscosité apparente diminue lorsque le cisaillement augmente, le fluide est dit thixotrope. Dans le cas contraire, le fluide est dit rhéopexe. Les propriétés rhéologiques d'un fluide dépendant du temps varient donc en fonction des traitements qu'il a subi, comme s'il avait une mémoire. Ceci est illustré à la figure 4, le rhéogramme observé lors d'une montée en gradient de vitesse suivi immédiatement de la descente en gradient de vitesse présente une hystérèse. Suite aux perturbations que la structure a subi lors de la montée en gradient de vitesse, le fluide n'a plus le même comportement lors de la descente en gradient de vitesse. Cependant les fluides thixotropes ont la capacité de reformer leur structure s'ils sont laissés au repos pendant une période suffisamment longue (**Becu, 2012**).

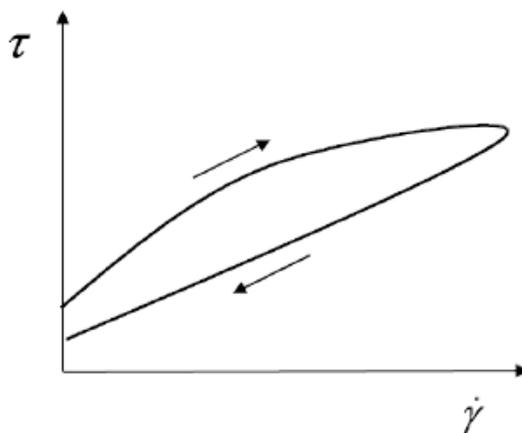


Figure 4 : Rhéogramme d'un fluide thixotrope.

IV.2.3. Rhéologie du chocolat

Une suspension est un mélange homogène de particules solides dispersées dans une phase liquide. Ce mélange peut être considéré comme un ensemble continu. Le chocolat est une suspension de particules solide de cacao et de sucre (et de lait pour chocolat au lait et blanc) dans un fluide newtonien, le beurre de cacao. Les particules solides sont assimilées à des sphères et leur taille est définie par le *diamètre équivalent*. Dans le chocolat, les particules solides ont un diamètre équivalent de quelques dizaines de micromètres.

Le comportement rhéologique des suspensions de particules qui ont un diamètre équivalent supérieur à 1 μm dans un fluide newtonien dépend d'un grand nombre de facteurs tels que la taille et la forme des particules, la distribution en taille des particules, la fraction volumique de solide, les interactions entre particules, la masse volumique du solide et de fluide et la viscosité du milieu continu. Ces fluides peuvent adopter différents comportements rhéologiques.

Cependant, considérer une suspension diluée comme un fluide newtonien n'est correcte que si les particules n'interagissent pas entre elles et pour une plage étroite de gradient de vitesse. A des vitesses de cisaillement faibles, un grand nombre de suspension montre un comportement non newtonien, souvent rhéofluidifiant. Pour des vitesses de cisaillement plus élevées un plateau newtonien est observé. Dans certains cas, à des vitesses de cisaillement très élevées, la suspension a un comportement rhéoépaississant. Lorsque la fraction volumique de solide dépasse 0,4, beaucoup de suspensions ont un comportement rhéologique affecté par les interactions qui peuvent exister entre les particules solides. Des comportements rhéofluidifiants, rhéoépaississants mais aussi thixotropes ou rhéopexes sont observés.

Le chocolat est une suspension concentrée. Cependant, le chocolat liquide a un comportement non newtonien. Les particules de sucre et de cacao sont recouvertes d'une couche de phospholipides. A courte distance il existe une interaction entre ces particules. Elles forment une microstructure qui se rompt lorsque le cisaillement augmente. C'est ce phénomène qui est à l'origine du comportement rhéofluidifiant du chocolat. A notre connaissance il n'y a pas de théorie définissant la nature de ces interactions (**Becu, 2012**).

Les principales interactions entre les particules sont résumées par les points suivants :

- La viscosité du chocolat augmente avec la taille de particule décroissante des autres ingrédients, tels que le beurre de cacao, la liqueur de cacao, le saccharose, etc., si les autres conditions restent constantes (**Shuai, 2016**).

- La diminution de la taille des particules des systèmes de saccharose-beurre de cacao et beurre de cacao masse-cacao augmente la viscosité du chocolat. Le pourcentage de surface couverte diminue avec l'augmentation de la viscosité.
- La viscosité du chocolat est influencée par la teneur en matière grasse, la température et par la présence d'émulsifiants (lécithine).
- La diminution de la graisse augmente la viscosité. La graisse pourrait générer une phase continue de suspension particulaire. Lorsque la graisse diminue, d'autres teneurs en solides peuvent perturber cette phase continue qui diminue la viscosité.
- Une température élevée augmente l'énergie cinétique des molécules du chocolat, de sorte que l'augmentation de la température diminue la viscosité. La molécule de lecithine a deux pôles, un pôle hydrophile interagit avec le saccharose et le pôle lipophile interagit avec les lipides. Par conséquent, la lecithine agit comme émulsifiants pour réduire la friction interne et réduire davantage la viscosité **(Shuai, 2016)**.

Partie 2

Partie pratique

Partie 2 : Partie pratique

Chapitre 5 : Matériels et méthodes

V.1. Problématique

Les dattes sèches et la caroube sont connus par leur valeur énergétique élevés leur richesse en sucre réducteurs facilement assimilable, profile minérale et vitaminique important. Ces fruits sont dotés de nombreux effets bénéfiques pour la santé résultant de leurs richesses en métabolites secondaires (polyphénols, tanin...). Compte tenu de leur richesse en sucre, les dattes sèches et la caroube peuvent remplacer le sucre blanc utilisé dans les préparations alimentaires, et leur valorisation pourrait représenter une forte valeur ajoutée sur l'impact socio-économique. La datte sèche de type *Mech-Degla* et la caroube présente des teneurs appréciables en sucre (58-75g/100g), en polyphénol (0,04-1,97g/100g), en fibre (3-9g/100g) et en minéraux principalement le K (315-690 mg/100g). Au vu ces teneurs, la datte sèche et la caroube présentent des propriétés très intéressantes, comme antioxydants et source de sucre. Ces constituants s'adaptent parfaitement à la formulation d'un chocolat.

L'objectif de notre travail est l'étude de l'influence de l'incorporation de la poudre de datte sèche type *Mech-degla* (PDS) et la poudre de caroube (PC) sur le comportement rhéologique du chocolat. En utilisant le modèle d'Ostwald et de casson.

V.2. Démarche expérimentale

La figure 5 récapitule le matériel utilisé et la méthodologie expérimentale suivie :

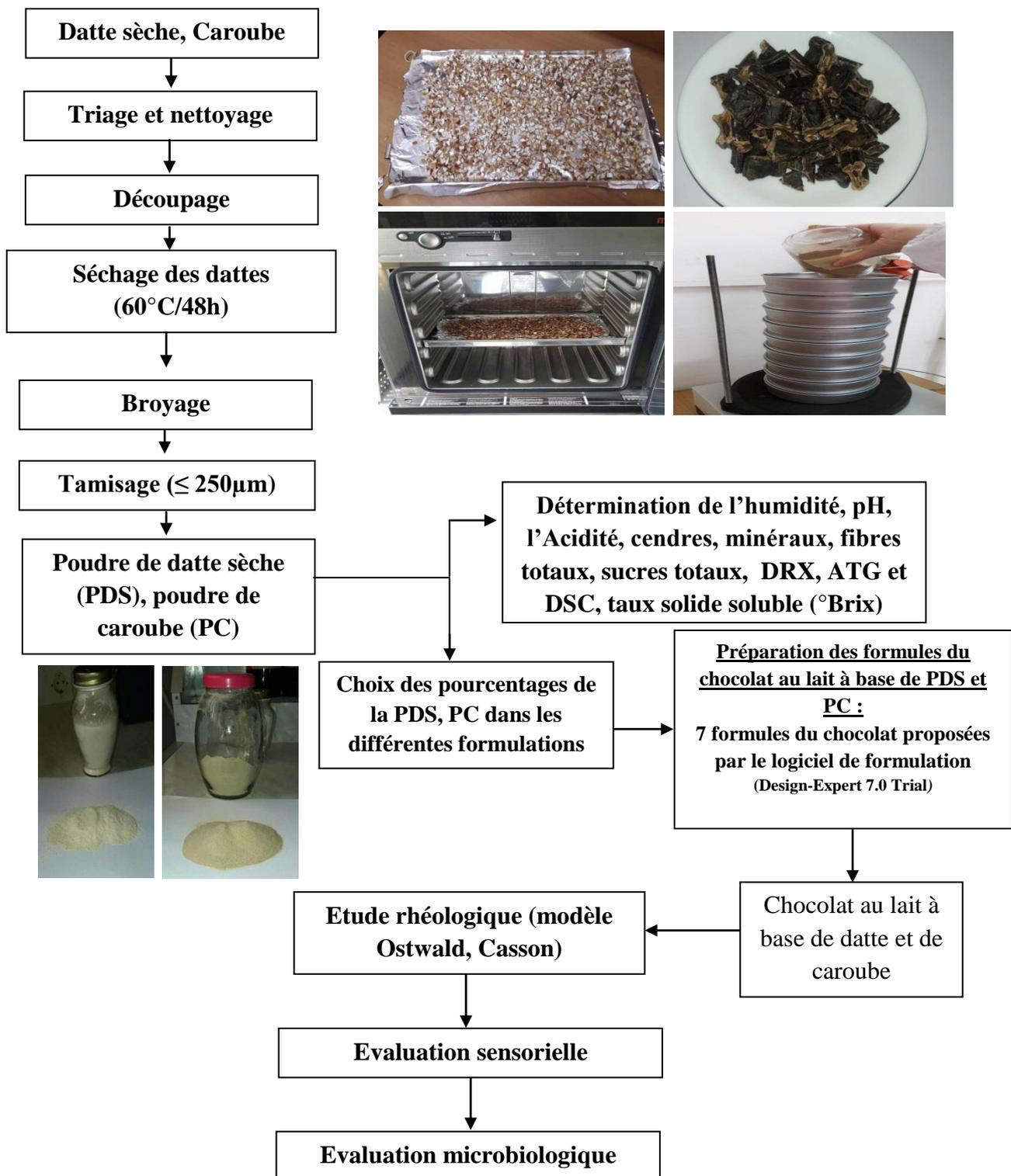


Figure 5: Schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la démarche expérimentale.

Dans la suite du manuscrit, on désigne la poudre de datte sèche et la poudre de caroube par PDS et PC successivement.

V.2.1. Obtention de la poudre de datte sèche (PDS) et la poudre de caroube (PC)

Les principales étapes d'obtention de la PDS et la PC sont présentées dans la figure 5.

Les dattes sèches type « *Mech-Degla* » utilisée dans notre étude sont issues des palmiers de Tolga (Biskra). La datte *Mech-Degla* est de forme sub-cylindrique légèrement rétrécie à son extrémité, avec une couleur beige claire teinté d'un marron peu prononcé (Fig. 6). L'épicarpe est ridé, peu brillant et cassant. Le mésocarpe est peu charnu de consistance sèche et texture fibreuse.

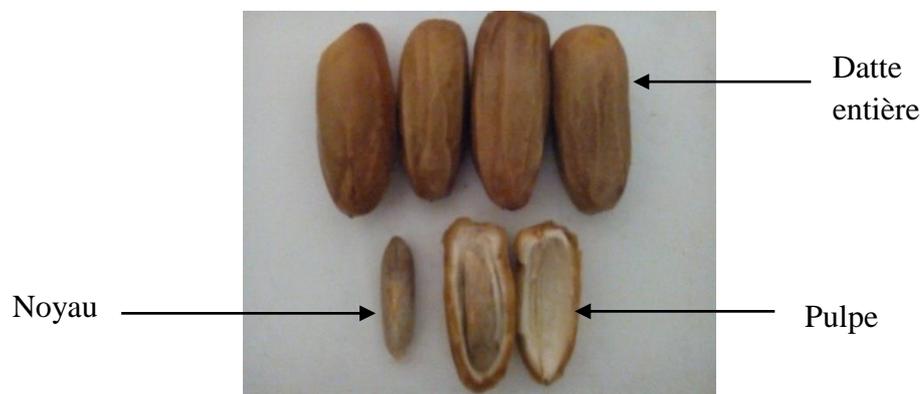


Figure 6 : Datte *Mech-Degla* entière et coupée en deux.

Les gousses de caroube rassemblent à de gros haricots plats de couleur marron chocolaté. La chaire de couleur jaune claire possède une texture farineuse et juteuse (Fig. 7). Les gousses mures de caroube sont récoltées dans la région de Cherchell de wilaya de Tipaza en Algérie. Cette récolte est effectuée durant le mois de septembre 2017.



Figure 7 : Pulpe et graines d'une gousse de caroube.

Après un séchage à 60°C/48h, les dattes et la caroube sont ensuite broyées par un broyeur type IKA. Le broyage consiste à diminuer la taille des particules d'un solide. Le but est d'augmenter la surface d'échange entre le solide pulvérulent et le milieu extérieur et faciliter le mélange avec les ingrédients du chocolat.

Les poudres ainsi obtenues sont tamisées diamètre ($\leq 250\mu\text{m}$) afin de séparer les particules des poudres selon leurs tailles ou granulométries. Cette opération est réalisée par un tamis électrique de type *Retsch As 300*. Les poudres obtenues sont caractérisées par plusieurs tests.

V.2.2. Caractérisation physico-chimiques de la PDS et la PC

V.2.2.1. Détermination de pH

Le pH de la PDS et la PC est déterminé selon la méthode (NF V 05-108,1970). Pour cela, on pèse 10 g de PDS ou de PC dans un bêcher et y ajouté deux ou trois fois leurs volume d'eau distillée. Le mélange est chauffé au bain-marie pendant 30mn en remuant de temps en temps avec une baguette en verre, ensuite homogénéisé. Après filtration le pH est déterminé à l'aide d'un pH mètre de type *OHAUS*.

V.2.2.2. Détermination de l'acidité titrable

L'acidité de la PDS et la PC est déterminé selon la méthode (NF V 05-1974). Pour cela, on pèse 25g de PDS ou de PC dans une fiole conique et y ajouté 50 ml d'eau distillée chaude récemment bouillie et refroidie, puis mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène, Adapter un réfrigérant à reflux à la fiole conique puis chauffer le contenu au bain-marie pendant 30mn, Refroidir, transvaser quantitativement le contenu de la fiole conique dans une fiole jaugée de 250ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie, bien mélanger puis filtrer, Prélever à la pipette 25ml du filtrat et les verser dans un bêcher, Ajouter deux à trois goutte de phénolphtaléine et tout en agitant, titrer avec de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

L'acidité titrable est exprimée en grammes d'acide citrique pour 100g de produit

$$A\% = \frac{(250 \times V1 \times 100)}{(V0 \times M \times 10)} \times 0.07$$

Soit : **M** : Masse, en grammes de produit prélevé, **V₀** : Volume en millilitres de la pris d'essai.
V₁ : Volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1N utilisé, **0,07** : Facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique.

V.2.2.3. Détermination de l'humidité

La teneur en eau de la PDS et de la PC est déterminée selon la méthode (NF V 03-903). Les capsules sont séchées à l'étuve durant 15mn à 103±2°C, Après refroidissement, le poids des capsules est déterminé par une balance. Dans chaque capsule on pèse 5g de PDS ou de PC (M1) ensuite les capsules sont placées dans l'étuve à 103±2°C pendant 3 heures, jusqu'au poids constant (M2).

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{(M1 - M2)}{P} \times 100$$

Soit : **H%**: Humidité, **M1**: masse de la capsule + l'échantillon avant séchage (g), **M2** : masse de la capsule + l'échantillon après séchage (g), **P** : Masse de la prise d'essai(g).

V.2.2.4. Détermination de la teneur en fibres totales

On pèse 4g de PDS ou de PC, ensuite on réalise une digestion avec 200 ml de HCl à 5% pendant 30 minutes. Le mélange est filtré et lavé à l'eau chaude. Une deuxième digestion sur le résidu obtenu est réalisée par l'ajout de 200 ml de NaOH à 5% sous reflux pendant 30 min. Le mélange est filtré et lavé à l'eau jusqu'à neutralité du pH. Le filtrat est lavé avec 20 ml d'alcool éthylique et avec 20 ml d'éther Éthylique. Le résidu est séché à 100 °C pendant deux heures, ensuite pesé à l'aide d'une balance. Le poids obtenu est la masse de fibres totales (**Haddrah, 2013**).

V.2.2.5. Dosage des sucres totaux

A 0.5 g de PDS ou de PC on additionne 20 ml d'acide sulfurique (H₂SO₄) 0,5 M, puis on place l'ensemble dans une étuve réglée à 105°C pendant 3 heures. La solution est transverse dans une fiole de 500ml tout en ajustant le volume par de l'eau distillée jusqu'à 500ml. Après filtration on réalise trois dilutions (1/3 : V/V). Dans des tubes à essai, on met 1ml de chaque dilution, ensuite on ajoute dans chaque tube 1ml de phénol à 5 % et 5ml d'acide sulfurique H₂SO₄ à 98 %. Les tubes sont placés dans l'étuve pendant 5 minutes à 105°C, puis laissés dans l'obscurité pendant 30 minutes. L'absorbance est mesurée par un spectrophotomètre à

une longueur d'onde de 490 nm. La teneur en sucres est déterminée en comparaison à une courbe d'étalonnage en utilisant le glucose comme référence (**Kicher, 2016**).

V.2.2.6. Détermination du taux solide soluble (°Brix)

Le taux du solide soluble (Degré Brix) est déterminée selon la méthode de (NF V 05-109, 1970), pour cela, on pèse 20 g de PDS ou de PC dans un bécher de 250ml, préalablement taré. On ajoute une quantité d'eau distillée égale ou supérieure à cinq fois la masse du produit. On chauffe au bain-marie pendant 30 minutes en remuant de temps en temps avec une baguette de verre. Après refroidissement, on ajoute de l'eau distillée jusqu'à ce que la totalité du contenu du bécher. On mélange avec soin. Après une attente de 20 minutes, on filtre ou on centrifuge l'échantillon, puis on détermine le taux de résidu sec soluble à l'aide d'un réfractomètre du type *Bellingham+Stanley Limited*.

Le résidu sec soluble est donné par la formule suivante :

$$\text{TSS}(\%) = M \times \frac{\text{ESS}}{E}$$

Soit : **M** : La masse totale de la solution pesées (contenue dans le bécher), **ESS** : Teneur en saccharose (%), **E** : la masse de produit utilisé (g).

V.2.2.7. Détermination de la teneur en cendre

La teneur en cendre de la PDS et la PC est déterminée selon la méthode (NF V 05-113,1972). Pour cela, on pèse 2g de PDS ou PC dans des capsules en porcelaine, placer les dans un four à moufle réglé à 550±15°C pendant 5heurs jusqu'à l'obtention d'une cendre blanchâtre. Retirer les capsules et les mettre à refroidir dans le dessiccateur, puis les peser.

- **Expression des résultats**

$$\text{MO}(\%) = \frac{(M_1 - M_2)}{P} \times 100$$

Soit : **MO**: Matière organique, **M₁** : Masse de la capsule + la pris d'essai, **M₂** : Masse de la capsule + les cendre, **P** : Poids de la pris d'essai.

La teneur en cendres (Cd) est calculée comme suit :

$$\text{Cd} = 100 - \text{MO}\%$$

V.2.2.8. Détermination des éléments minéraux

Les cendres obtenues sont mélangées avec 1 ml d'acide chlorhydrique, puis on ajoute avec précaution 10 ml d'eau distillée, ensuite la solution est chauffée au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution complète des cendres. Le mélange est versé quantitativement dans une fiole jaugée de 100ml.

Les éléments minéraux ont été dosé par un photomètre de flamme de type *JENWAY*. Le potassium (K), le sodium (Na), le calcium (Ca). Les résultats sont exprimés en mg/l.

V.2.2.9. Répartition granulométrique de poudre

La distribution granulométrique de la PDS et de la PC est réalisée à l'unité de recherche UR-MPE de l'université M'hamed Bougara de Boumerdes. Elle est déterminée à l'aide d'une granulométrie LASER de type *MASTERSIZER*.

Cette technique permet de mesurer la distribution de la taille des particules et la surface spécifique des particules du diamètre dominant.

L'analyse et la comparaison des distributions granulométriques des parties s'effectuent généralement sur un nombre de grandeurs, telle que :

D(0,1) : Taille des particules pour laquelle 10% en volume de l'échantillon se trouve en-dessous de cette valeur.

D(0,5) : taille des particules pour laquelle 50% en volume de l'échantillon se trouve en-dessous de cette valeur. Il s'agit de diamètre médian.

D(0,9) : taille des particules pour laquelle 90% en volume de l'échantillon se trouve en-dessous de cette valeur.

Span (polydispersité) = $D(V;0,9) - D(V;0,1) - D(V;0,5)$: mesure l'étalement de la distribution granulométrique en volume (**Iguergaziz, 2012**).

V.2.2.10. Analyse thermique par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse thermique englobe toute une série de techniques de caractérisations des matériaux ; la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) c'est une de ces techniques qui mesure le flux de chaleur associé aux transitions phase aux réactions. Elle est utilisée pour déterminer le point de fusion, la cristallinité ou eu cour le degré de durcissement. Son principe de fonctionnement est basé sur la mesure de la quantité de chaleur, absorbée ou dégagée, par un matériau subissant un changement d'état physique initié par le chauffage ou refroidissement de ce matériau. Le dispositif est muni d'un porte creuset contenant l'échantillon à analyser et une référence. Lorsqu'une différence de température se produit, une boucle de contrôle ajuste

la puissance de chauffe de la référence de manière à réduire cette différence. Le flux de chaleur est alors enregistré puis représenté en fonction de la température, cela se traduit par l'apparition d'un thermogramme. Les essais ont été réalisés sur un DSC SDT600 TA Instrument, en effectuant deux Passages (CARIN, A 2002) : le premier est effectué afin de s'affranchir de l'histoire thermique des matériaux ; le second permet la mesure des différentes transitions au sein des aliments étudiés. Les vitesses de chauffage et de refroidissement en température sont fixées à 10°C/min, sous un débit de 100ml/min d'azote. Les échantillons d'une masse de 5mg sont placés dans un creuset en aluminium scellé par un couvercle embouti. Un creuset vide de même poids est utilisé comme référence. L'appareil est étalonné en température et en puissance avec un échantillon d'indium, de température et d'enthalpie de fusion connues : $T_f = 156,6^\circ\text{C}$ et $\Delta = 28,4\text{J/g}$.

V.2.2.11. Diffraction de rayons X

C'est une technique qui permet de déterminer le degré de cristallinité et démontrer l'orientation préférentielle des grains constituant la matière. Cette orientation dépend de la faculté de la matière à réfléchir la lumière. Le principe de la diffractométrie RX est d'envoyer deux rayons parallèles, en phase sur le cristal. Ceux-ci vont être diffractés par les plans rencontrés. Si ces plans sont parallèles, ils vont diffracter en phase. C'est alors que l'on mesure leur angle de réfraction afin d'établir la distance entre les plans. Grâce à la position des pics, les caractéristiques cristallographiques des aliments étudiés peuvent être déduites en utilisant l'équation de Bragg:

$$d = \frac{n * \lambda}{2 * \sin \theta}$$

Soit : **d** : Représente la distance inter-réticulaire, **λ**: La longueur d'onde du rayon incident,
θ : L'angle d'incidence, **n** :Ordre de diffraction (nombre entier).

L'analyse structurale par diffraction des rayons X (DRX) est réalisée sur un diffractomètre type D8 Advance A 25 de la marque BRUKER ($\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1,5418 \text{ \AA}$). Le spectre de diffraction est réalisé pour des valeurs de 2θ comprises entre 5 et 95°, à une vitesse de balayage de 0,02°/sec (Guo B.Q, 2008).

V.3. Etude rhéologique du chocolat au PDS et PC

V.3.1. Essai de formulation du chocolat au PDS et PC

Tous les produits nous sont fournis par SOBCO- *Palmary* Algérie. Sept formules du chocolat sont proposées par un logiciel de formulation *design-Expert 7.0.0*. La composition de chaque chocolat est donnée dans le tableau 11.

La production du chocolat a été effectuée par une chaîne pilote de la chocolaterie SOBCO- *Palmary* Algérie.

Les différentes étapes pour l'obtention du chocolat au PDS et PC sont présentées dans le diagramme (Fig. 7).

Pour l'élaboration des différentes formulations du chocolat (tableau 11), tous les ingrédients sont introduits dans un mélangeur où ils sont malaxés jusqu'à l'obtention d'une masse homogène.

Le conchage est effectué dans une cuve pilote appelée *winneur* ou le chocolat est brassé pendant vingt minutes à une température d'environ 40°C. Ce brassage va provoquer une élévation de température ce qui va permettre l'évaporation d'une partie de l'eau résiduelle.

Pour faire du chocolat solide de qualité une étape supplémentaire est nécessaire : le tempérage. Le chocolat est refroidi à 31°C. Ensuite on y ajoute 1% du beurre de cacao déjà cristallisé sous la bonne forme dans un temper de type *Magic Temper*. Le beurre de cacao est réparti de manière homogène dans le mélange. Le chocolat est refroidi entre 4 et 6°C.

Tableau 11 : Composition des chocolats

Formule	Formule en %	Lécithine %	Masse de cacao en %	Beurre de cacao en %	Sucre/lait en %	PC %	PDS %
A	100% PC	0,5	20,000	20,000	22,91	36,590	0
B	100% PDS	0,5	20,000	20,000	19,829	0	39,671
C	100 % PC	0,5	20,000	20,000	25,790	33,710	0
D	0% PC 0%PDS	0,5	20,000	20,000	59,500	0	0
E	28,82%PC 71,18% PDS	0,5	20,000	20,000	42,684	4,847	11,969
F	100% PC	0,5	20,000	20,000	42,748	16,752	0
G	36,50% PC 63,50% PDS	0,5	20,000	20,000	28,843	11,190	19,467

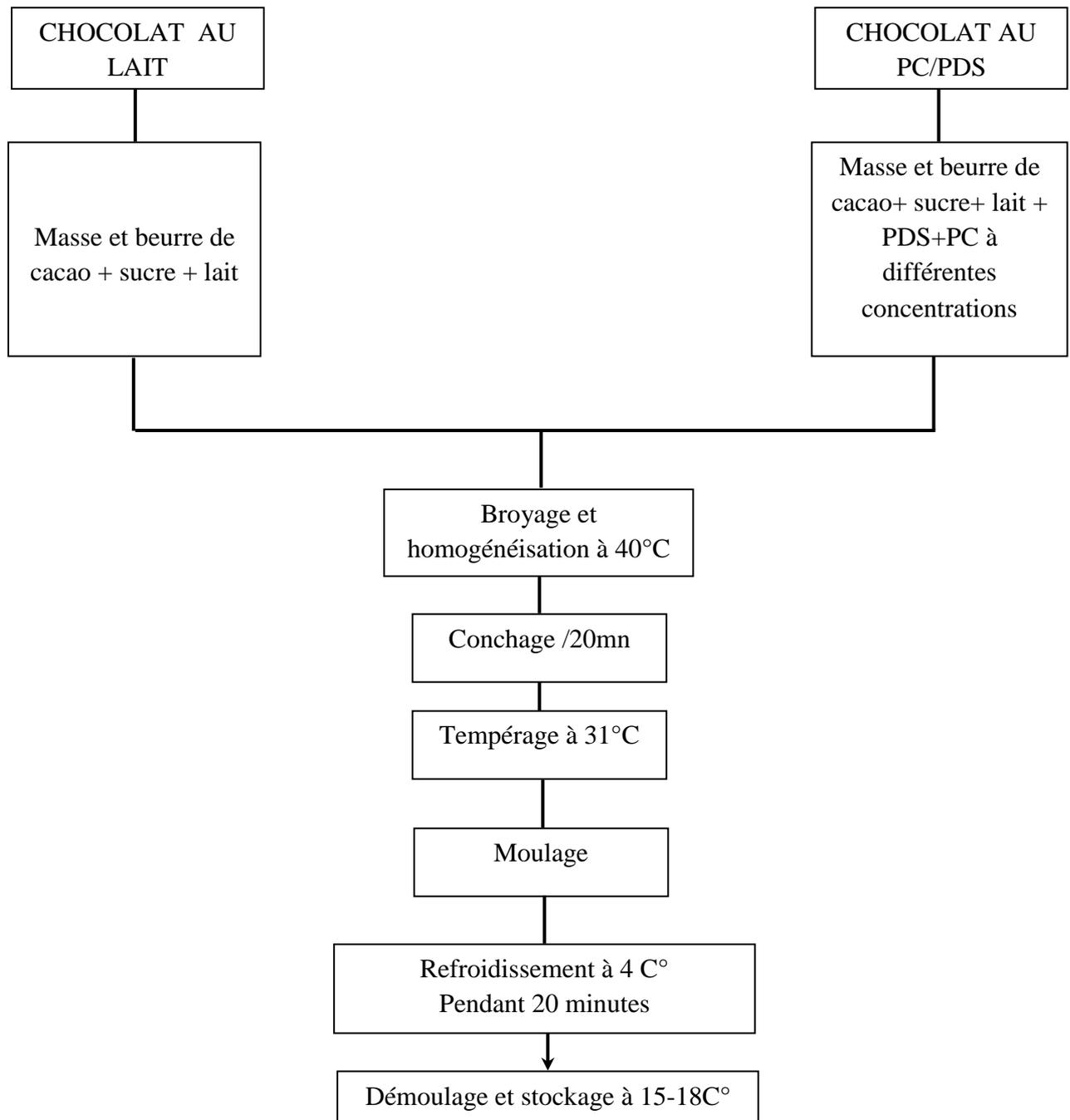


Figure 8 : Digramme de fabrication du chocolat.

V.3.2. Etude du comportement rhéologique du chocolat suivant la méthode standard

La viscosité peut être mesurée à l'aide d'un viscosimètre ou d'un rhéomètre. Le viscosimètre est adapté lorsque les propriétés d'écoulement du fluide sont connues et que ce fluide suit une loi de viscosité bijective déterminée. Si les propriétés d'écoulement du fluide ne sont pas connues c'est un rhéomètre qu'il faut utiliser pour étudier le comportement rhéologique de ce

fluide. Le chocolat à un comportement rhéologique complexe, c'est donc un rhéomètre qui sera utilisé (**Becu, 2012**).

Pour mesurer la viscosité du chocolat liquide il faut préalablement éliminer toutes formes cristallines. Pour ce faire, le chocolat est fondu au bain marie à 50°C. Quand le chocolat est complètement liquide, nous le versons dans le Rhéomètre dont la température du bain thermostaté est à 40°C. Un cisaillement de 5 S⁻¹ est imposé pendant 5 minutes afin d'homogénéiser la température au sein de l'échantillon. Le cisaillement est ensuite arrêté pendant 10 secondes avant de commencer la mesure.

Méthode de mesure

La procédure recommandée par L'international Office of Cacao, Chocolate and Sugar Confectionery (L'IOCCC) est la suivante : 1. Augmentation du gradient de vitesse de 2s⁻¹ à 50 s⁻¹ en 3 minutes, 2. Maintien du gradient de vitesse à 50 s⁻¹ pendant 1 minute, 3. Diminution du gradient de vitesse de 50 s⁻¹ à 2 s⁻¹ en 3 minutes.

V.3.3. Etude de l'influence de l'ajout de la PDS et la PC sur le comportement rhéologique du chocolat

Pour décrire le comportement rhéologique du chocolat on a utilisé le modèle de casson. Dans une étude récente (**Becu, 2012**), il a été démontré que ce modèle ne convient pas pour modéliser la rhéologie du chocolat puisqu'il a été établi pour des suspensions de plus faible concentration.

Dans la suite de ce travail nous considérons le chocolat comme un fluide rhéofluidifiant que nous allons modéliser avec une loi en puissance où les paramètres m et n du modèle d'Ostwald sont estimés.

Nous nous basons sur l'équation pour décrire les différents comportements rhéologiques des chocolats formulée. $\tau = m\dot{\gamma}^n$

Soit : m : paramètre de consistance [Pa.s], n : paramètre d'écoulement.

Pour chaque type de chocolat deux tests sont effectués. Le premier pour évaluer l'influence de la fraction de la PDS ou de PC sur le paramètre m du modèle. Le deuxième test est réalisé pour évaluer l'influence de la fraction de la PDS ou de PC sur le paramètre n.

Si n<1, le fluide est dit rhéofluidifiant, sa viscosité apparente diminue pour des vitesses de cisaillement croissantes.

Nous étudions le comportement du chocolat dans un intervalle de vitesses de cisaillement allant de 2 à 50 s⁻¹. Nous testons l'influence de l'ajout de 0 à 40 % de PDS ou de PC.

V.4. Analyses sensorielles de chocolats

V.4.1. But

L'objectif de l'évaluation sensorielle est de connaître les proportions de PDS et de PC qui permettent d'avoir un chocolat présentant les meilleures caractéristiques organoleptiques (odeur, texture, goût, aspect visuel).

Pour se faire, nous avons opté pour le test de classement qui consiste à ranger, sur une caractéristique spécifiée, des échantillons présentés simultanément au sujet, par ordre d'intensité croissante ou décroissante (**Arnaud, 2016**).

Ce test présente entre autre deux caractéristiques spécifiques :

- Il impose au sujet d'évaluer tous les échantillons avant d'indiquer sa réponse ;
- Il ne renseigne pas sur la position absolue des échantillons sur une échelle d'intensité.

V.4.2. Déroulement du test de classement selon Friedman

L'évaluation a été faite au niveau du laboratoire de la faculté des Science de l'Ingénieur, dans des conditions favorables (lumière uniforme, absence d'odeur particulière, température et hygrométrie constantes).

Les sept chocolats formulés (enrichies en PDS et la PC) ont été proposés à la dégustation auprès de 22 personnes de la faculté.

Il leur a été demandé d'effectuer un classement de préférence en ordre croissant pour les sept échantillons préparés.

Chaque sujet doit se rincer la bouche après chaque dégustation et noter leur classement sur un bulletin.

V.4.3. Analyse statistique

Nous avons utilisé le test de FRIEDMAN pour traiter les données issues des tests de classement.

La statistique de FRIEDMAN est appliquée sur la somme des rangs attribués à chaque échantillon (**Afnor, 1982**).

Le F_c de FRIEDMAN est calculé comme suite :

$$F_c = \frac{12.(R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + \dots + R_{n-1}^2 + R_n^2)}{J.P.(P+1)} - 3.J.(P+1)$$

Où :

J : Nombre de sujets (22 dans notre cas).

P : nombre d'échantillons (7).

R1.....Rn : somme des rangs.

Si la valeur de F_c calculé est supérieure à celle critique correspondante au nombre de sujets, au nombre d'échantillons et au seuil de signification choisi ($\alpha = 0,05$) lue dans la table, la différence perçue entre l'échantillon est significative (ISO 8587).

V.5. Evaluation microbiologique du chocolat

Les risques de contamination microbiologiques du chocolat proviennent surtout des ingrédients utilisés. Le chocolat est un produit sain, mais les bactéries sont des agents sournois, pour cela, et pour assurer la qualité bactériologique des chocolats, on a déterminé quatre germes qui sont susceptibles d'infecter la qualité du chocolat, les germes aérobies à 30°C, les Coliformes fécaux et totaux, les Levures et les Moisissures. (**Annexe 1**).

Chapitre 6 : Résultats et discussion

VI.1. Caractéristiques physico-chimiques de la PDS et PC

Le tableau 12 récapitule les principales caractéristiques physico-chimiques de la PDS et la PC.

Tableau 12 : Résultats des analyses physico-chimiques de la PDS et la PC

Paramètres	Teneurs moyennes de PDS	Teneurs moyennes de PC
pH	5,29±0,07	5,37±0,02
Acidité titrable (% d'acide citrique)	0,43±0,02	0,41±0,06
Humidité	4,8±0,16	11,4±0,85
Fibres (%)	3,62	8,11
Sucre totaux(%)	75,47	58,64
Extrait sec soluble « Degré Brix » (%)	78,97	64,67
Taux de cendre (%)	3,8±0,85	2,5±0,82

Les valeurs sont exprimées par la moyenne ± erreur standard.

VI.1.1. pH

La PDS étudiée présente un pH légèrement acide de 5,29, cette valeur est comparable à celle trouvée par **Bouchatal (2011)** et **Noui (2017)** qui sont respectivement de 5,44 et 5,52, mais elle est inférieure à celle trouvée par **Amellal (2008)**, **Messaid (2008)** et **Noui (2007)** avec des valeurs qui varient de 5,72 à 6,28.

Le pH de la PC est de l'ordre de 5,37 correspondant à un milieu acide, cette valeur est comparable à celle trouvée par **Bentalha (2012)** qui est de 5,16. Ce pH est favorable à la conservation de caroube.

VI.1.2. L'acidité titrable

La PDS présente une acidité de 0,43%, cette valeur est supérieure à celle trouvée par **Messaid (2008)** et **Amellal (2008)** et **Babouri (2012)** qui sont respectivement 0,21, 0,24 et 0,28%, mais elle est inférieure à celle trouvée par **Boukhiar (2009)** qui est de 0,50% pour la variété *Degla-Baida*. Cette variabilité peut être expliquée le stade de maturation et la variété.

La PC présente une acidité de 0,4%. Cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Bentalha (2012)** avec une quantité de 0,69%. Cela explique la richesse de la PC en acide organique.

L'acidité joue un rôle important dans la modification sensorielle des fruits et de l'inhibition de la multiplication des microorganismes.

VI.1.3. Humidité

La teneur en eau de la PDS étudiée est de 4,8%, Cette valeur est comparable à celle trouvée par **Bentalha (2012)** qui est de 5,09%, mais elle est légèrement supérieure à celle trouvée par **Boutrik (2010)** qui est de 3,25%.

Nous constatons que la teneur en eau par rapport à la matière sèche de la PC est de 11.4%. Cette valeur est en accord avec celle donnée par **Jammeli (2012)** (11%) ce qui explique la stabilité microbiologique de la PC.

VI.1.4. Fibres totaux

Les résultats obtenus montrent que la PC est plus riche en fibres totaux que la PDS, avec un pourcentage de 8,11% cette valeur est 2,5 fois plus élevée que celle de la PDS. Les résultats des travaux antérieurs montrent un intervalle de 6 à 11,5 % pour la caroube (**Jammeli ,2012**), et un intervalle de 0,7 à 5,5% pour la datte sèche (**Bousdira, 2007**).

VI.1.5. Extrait sec soluble

La PDS présente une valeur de 78,97 %, cela montre qu'elle est riche en résidus secs solubles (sucres, sels, protéines, acides etc.), dont le constituant principal est le sucre. Ce qui lui confère une grande valeur énergétique. Cette valeur elle est comparable à celle trouvée par **Bentalha (2012)** qui est de 80%, et légèrement supérieur à celle trouvée par **Babouri (2012)** qui est 70,50%.

Le résidu sec soluble de la PC est de 64,67%, cette valeur est comparable à celle trouvée par **Bentalha (2012)** qui est de 62,5%.

VI.1.6. Sucre totaux

Le taux de sucre totaux de la PDS est de 75,47%, cette valeur est supérieure à celle trouvée par **Noui (2007)** qui est de 63,8%.

La caroube est un fruit riche en sucre simple ce qui lui vaut s'a savoure très sucré. Selon les résultats de notre étude le taux de sucre totaux de la PC est de 58,64 %, cette valeur est plus élevée par rapport à celle signalé par **Gaouar (2011)** avec des valeurs qui varient entre 35 et 45%.

VI.1.7. Taux de cendre

Le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans l'échantillon analysé. Elle est exprimée en % de la matière sèche.

La valeur trouvée pour la PDS est de 3,8%, cette valeur est supérieure à celle trouvée par **Bentalha (2012)** et **Noui (2017)** qui sont respectivement de 2,28% et 2,14%.

La teneur en cendres de la PC est de l'ordre de 2,5%. Ces valeurs se situent dans le même ordre de grandeur que celle données par **Bentalha (2012)** qui est de 2.62%.

VI.1.8. Eléments minéraux

Le tableau 13 indique la charge minérale de la PDS et la PC.

Tableau 13 : Eléments minéraux de la PDS et PC

Les éléments	PDS (mg/100g)	PC (mg/100g)
Potassium	689,35	314,35
Calcium	Ind	Ind
Sodium	98,15	-

Ind : indéterminé.

La teneur en potassium de la PDS est 689,35 mg/ 100g, cette valeur est similaire à celle trouvée par **Noui (2007)** qui est 678,00 mg/100g.

La teneur en potassium de la PC est 314,35mg/100g, cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Gaouar (2011)** qui est 970 mg/100g.

La teneur en sodium de la PDS est 98,15 mg/100g, cette valeur est supérieure à celle trouvée par **Noui (2007)** et **Amellal (2008)** qui sont respectivement 34 et 30,1 mg/100g.

VI.1.9. Diffraction de Rayon X

Les résultats de diffraction de rayons X de la PC et la PDS sont présentés dans la figure 9 et le tableau 14.

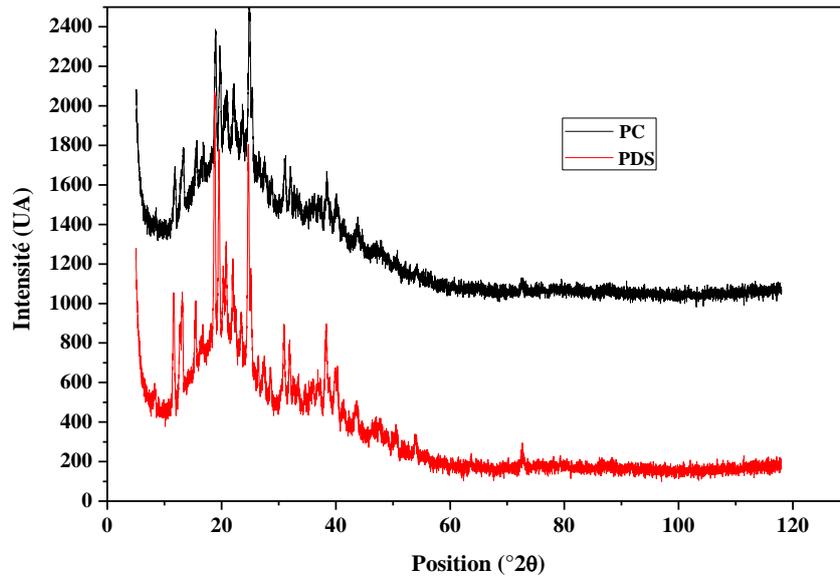


Figure 9 : Diffractogramme expérimental de la PC et la PDS.

D'après la figure 9, on remarque que les deux diffractogrammes ont relativement la même allure, par ailleurs les pics de structure cristalline se situent dans la somme de $2^\circ\Theta$ de 10 à 38° par contre les pics de structure amorphe se situent dans la zone de $2^\circ\Theta$ de 38 à 120° .

Tableau 14 : Les valeurs des pics majoritaires de Diffractogramme

Position $2^\circ\Theta$	Datte %	Position $2^\circ\Theta$	Caroube %
11,67	63,41	18,99	73,47
13,12	69,72	19,81	47,77
15,49	71,17	24,81	100
18,90	82,18	31,02	30,33
19,52	93,94	-	-
20,68	96,70		
21,99	100		
24,78	91,49		
30,87	91,14		
31,90	99,05		
38,40	97,10	38,40	30,41

D'après nos résultats la structure cristalline correspond à la présence des sucres dans les deux échantillons. L'intensité et le nombre des pics du diffractogramme de la PDS sont expliqué par :

- La richesse de la PDS en sucre par apport à la PC
- La nature des sucres présents (saccharose, fructose et glucose).

VI.1.10. Granulométrie de la PDS et de la PC

La taille des particules influe considérablement sur les propriétés de la poudre, une taille élevée favorise l'augmentation de la force d'adhésion entre deux particules, l'écoulement et la mouillabilité des poudres, par contre la diminution de la taille augmente la surface spécifique et l'homogénéité de la poudre.

Les caractéristiques des particules et surface spécifique de la PDS et la PC sont illustrées dans le tableau 15. Les figures 10 et 11 illustrent la distribution des particules en fonction de leurs diamètres pour la PDS et la PC successivement.

Tableau 15 : Caractéristique des particules de la PC et la PDS.

Poudre	D(0,1) μm	D(0,5) μm	D(0,9) μm	Span	Surface spécifique (m^2/g)
PC	27,43	97,01	222,68	2,01	0,12
PDS	8,08	151,49	391,0	2,53	0,28

La dimension des particules de la PDS est comparable à celle évoquée par **Iguergaziz (2012)** pour la variété de datte (*Mech-degla*). La valeur trouvée est de 151.49 μm pour 50 % des particules de la PDS, celle-ci est supérieure comparativement à quelques poudres Alimentaire : farine (73 μm), lait en poudre (197 μm) et le thé (25 μm). La dimension des particules de la PC est inférieure à celle de la PDS avec une valeur de 97.01 μm pour 50% des particules.

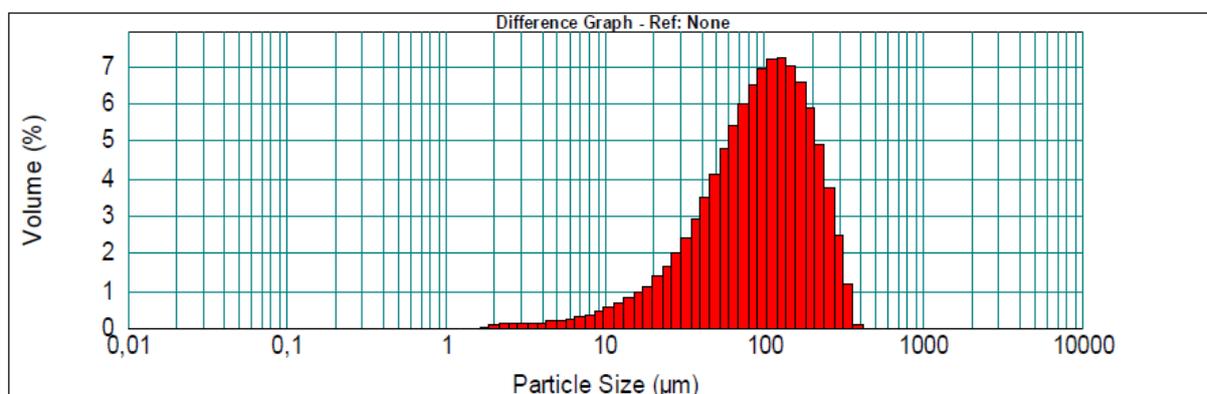


Figure 10 : Distribution des particules de la PC en fonction de diamètre.

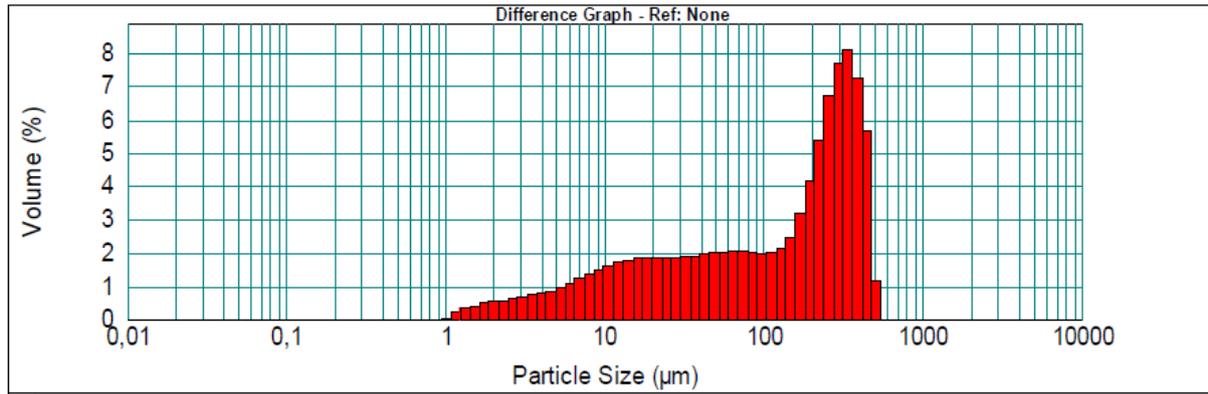


Figure 11 : Distribution des particules de la PDS en fonction de diamètre.

Selon **Zhang (2009)**, un Span faible indique que le diamètre des particules de la poudre est uniforme. La valeur du Span de la poudre étudiée est de 2,01 pour la PC et de 2.53 pour la PDS, ces valeurs sont élevées comparativement à celle donnée par **Iguergaziz (2012)** avec un Span de 1,89 pour la même variété. Cette différence est expliquée par l'efficacité du broyage et du tamisage.

VI.1.11. Analyses thermiques

Les figures 12 et 13 montrent les courbes de l'ATG et DSC de la PDS et la PC.

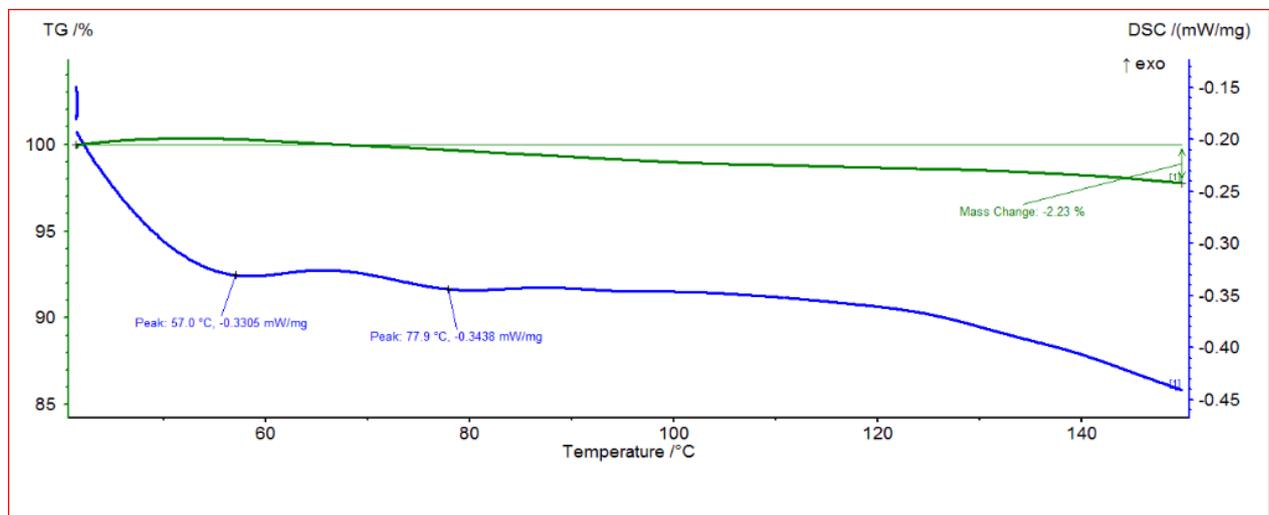


Figure 12: Thermogramme de l'analyse thermique de la PDS

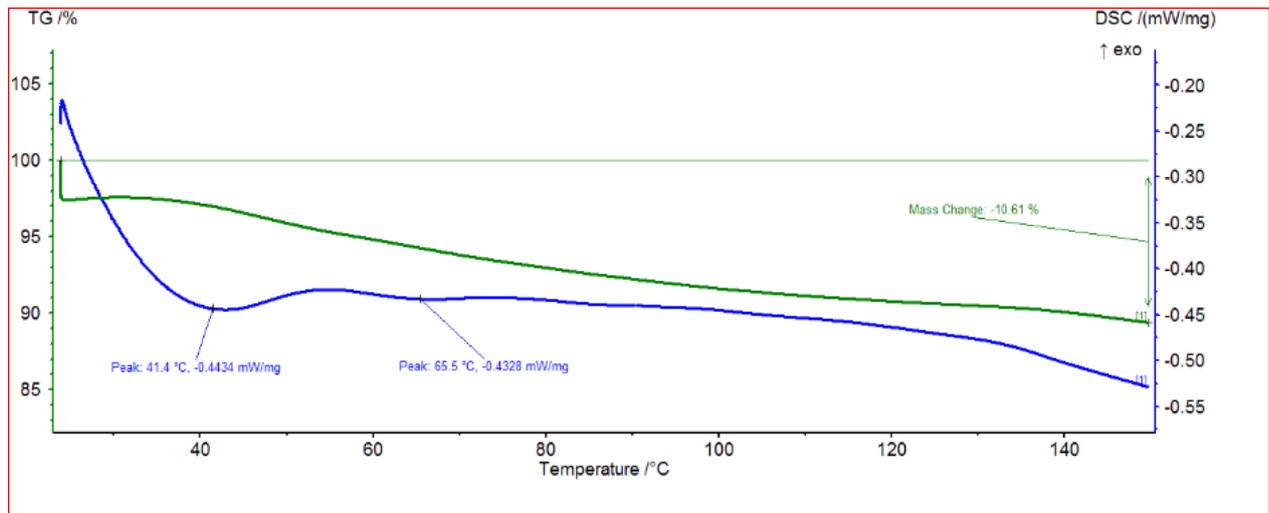


Figure 13 : Thermogramme de l'analyse thermique de la PC

Afin de connaître le comportement de la PC et de la PDS en fonction de la température, on a fait appel à l'analyse thermique (DSC et ATG). Les poudres sont analysées dans la gamme : entre 0 et 150°C (fig 12 et fig 13) avec un pas de température de 30C°/5,0(k/min)/150°C/min.

Tableau 16 : Les paramètres de la ATG et DSC de la PDS et PC

Poudres	Température initiale (°C)	Température finale (°C)	Température optimale (°C)	ΔH (mW/mg)	Perte de masse (%)
PDS	40	17	57	-0,3305	2,23
	70	7.9	77,9	-0,3438	
PC	13,6	55	41,4	-0,4434	10,61
	55	120,5	65,5	-0,4328	

Les courbes vertes représentent la perte de masse relative en fonction de la température (ATG) et les courbes bleues représentent la dérivée de cette perte de masse (DSC). Les Thermogramme présentent des pics endothermiques de dégradation irréversible aux alentours de Température optimale entre 41,4°C et de 65,5°C avec une perte de masse de 10,61% pour la PC et entre 57°C et 77,9°C avec une perte de masse de 2,23% pour la PDS. La différence de perte de masse est expliquée par la composition des poudres (nature de sucres présents, la teneur des tanins, protéines et fibres).

Nos résultats trouvés lors de cette étude sont relativement identiques à ceux trouvés par **Igerguaziz (2012)**, dont elle a travaillé sur des comprimés de dattes entières et/ou dé-sucrées

additionnés à un extrait aqueux des feuilles d'olivier algérien, et a trouvé une température de transition vitreuse(DSC) des poudres de dattes analysés oscille entre 50,7 et 58,6°C avec des pertes en masse variant de 2,61 et 7,61%.

VI.2. Formulation des chocolats enrichis en PDS et en PC

VI.2.1. Evaluation sensorielles des chocolats enrichis en PDS et en PC

Les tableaux des appréciations des 22 dégustateurs pour les critères : odeur, texture, gout, aspect visuel sont présentés en **annexe n°3**.

Le tableau 17 récapitule le classement des différents chocolats selon les sommes des rangs

Tableau 17 : Classement des différents chocolats selon les sommes des rangs.

Différentes formules de chocolats	Odeur	Texture	Gout	Aspect visuel
A	1	1	1	5
B	2	3	4	6
C	3	1	4	7
D	5	4	6	2
E	7	6	5	4
F	1	2	2	1
G	4	5	3	3

D'après le classement des sommes des rangs le chocolat à base de caroube présent la meilleure odeur, texture, gout et aspect visuel.

Les résultats de test de Friedman pour les différents chocolats sont regroupés dans le tableau 18.

D'après les résultats trouvés, on constate que l'ajout de la PDS et la PC n'a pas influencé la qualité organoleptique du chocolat.

Tableau 18 : Résultats de test de Friedman

Critères	F _c	F _t à 5 %	Interprétation
Odeur	6,964	12,59	F _c <F _t : il n'y pas une différence significative entre les différents chocolats
Texture	-91,7	12,59	F _c <F _t : il n'y pas une différence significative entre les différents chocolats
Gout	-78	12,59	F _c <F _t : il n'y pas une différence significative entre les différents chocolats
Aspect visuelle	-184	12,59	F _c <F _t : il n'y pas une différence significative entre les différents chocolats

VI.2.2. Comportement rhéologique des chocolats selon la méthode standard

La figure 14 présente les courbes d'écoulement (rhéogramme) et les courbes de viscosité des différents chocolats selon la méthode standard.

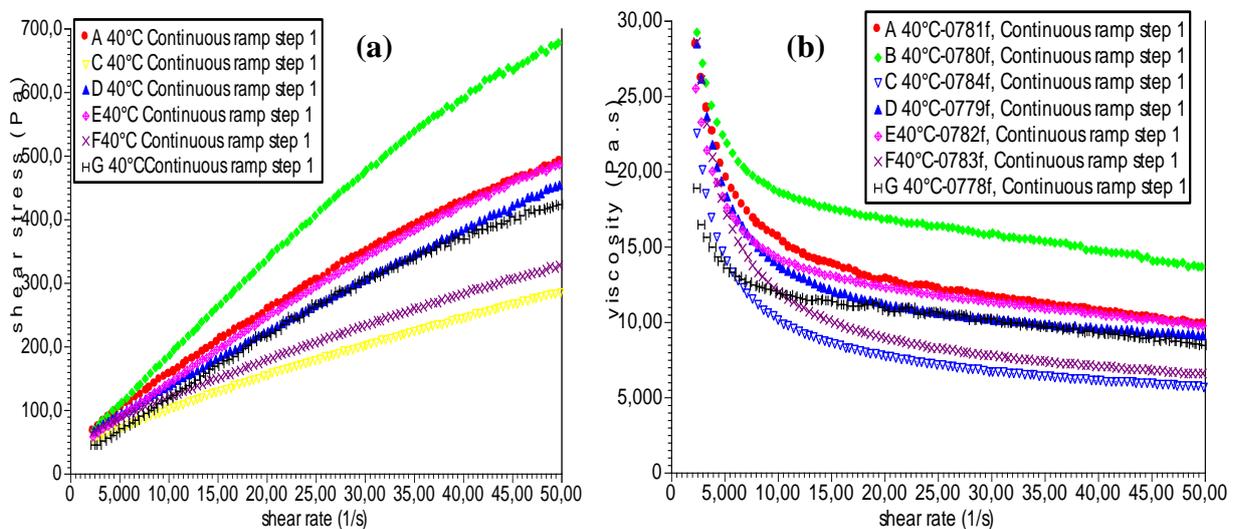


Figure 14 : Courbe d'écoulement (Rhéogramme) (a) et courbe de viscosité (b) du chocolat à base de la PDS et la PC.

La figure 14 présente les résultats obtenus pour les sept formules de chocolats selon la méthode standard. Dans le littérature, à un gradient de vitesse $5s^{-1}$, des contraintes des cisaillements entre 10 et 70 Pa sont observés. Lors de la montée en gradient de vitesses à une vitesse de $5s^{-1}$ nous observons des contraintes des cisaillements supérieur, entre 100 et 105Pa.

Ceci peut être expliqué d'une part par la granulométrie de la PDS utilisé (200 à 300 μm) et d'autre part par l'humidité de la PC (11%).

Plusieurs facteurs affectent la mesure de la viscosité et peuvent expliquer les différences entre les sept formules. La viscosité dépend de la température suivant une loi exponentielle et une variation d'un degré Celsius peut entraîner une variation de 8% de la viscosité apparente à un gradient de vitesse de 40s^{-1} . La température enregistré au cour des essais variés entre 41 à 39.

La viscosité de chocolat peut être également affecte par le temps à l'état fondu au bain marie. En effet si le chocolat reste suffisamment longtemps dans un milieu humide, l'eau se mélange au chocolat, le sucre va dissoudre dans cette eau est la viscosité en sera affectée.

Sur les Rhéogrammes (fig.15-28) on observe une diminution de la contrainte de cisaillement entre la montée et la descente en gradient de vitesse de même qu'au cours de la phase à gradient de vitesse constant. Ceci nous montre que le chocolat à un comportement légèrement thixotrope. Cependant cette thixotropie est légère et peut être négligé à l'échelle du procédé.

VI.2.3. Etude de l'influence de l'ajout de la PDS et de la PC sur le comportement rhéologique du chocolat

VI.2.3.1. Modèle de Casson

Les figures 15 - 21 représentent les rhéogrammes de chaque chocolat selon le modèle de Casson.

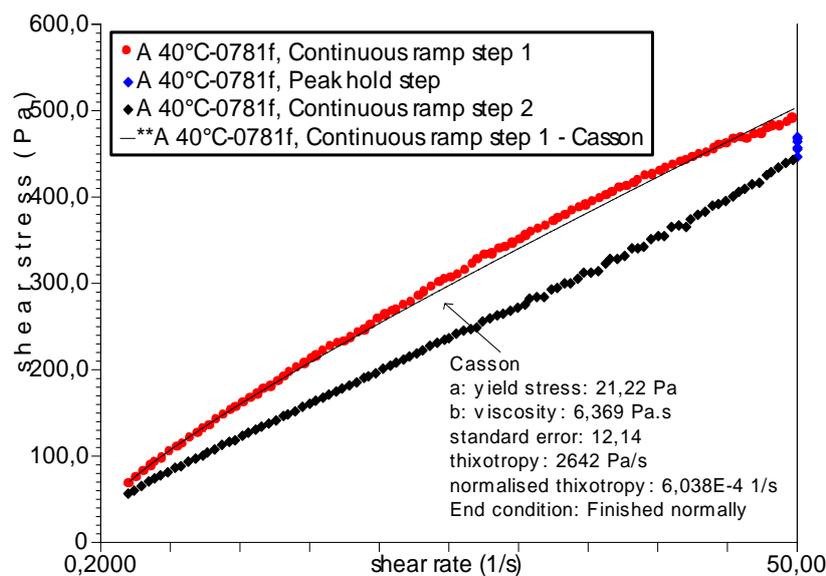


Figure 15 : Rhéogramme du chocolat A

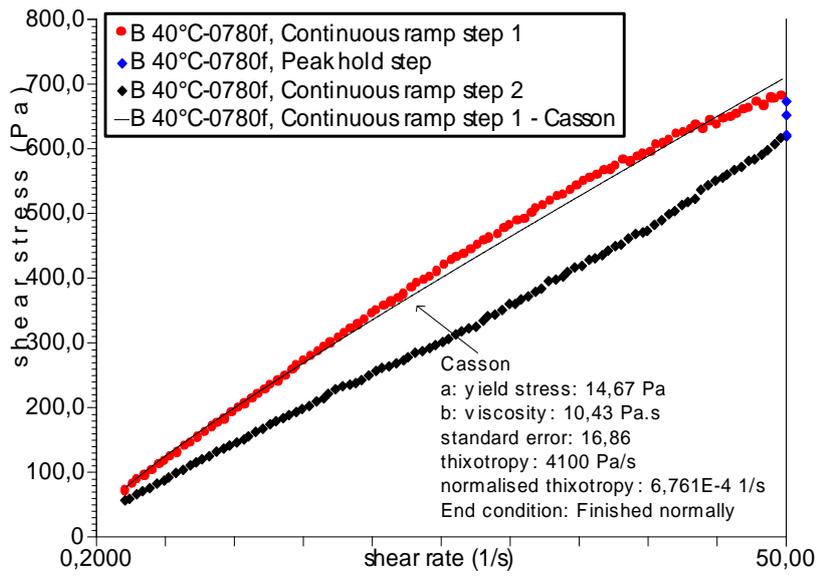


Figure 16: Rhéogramme du chocolat B

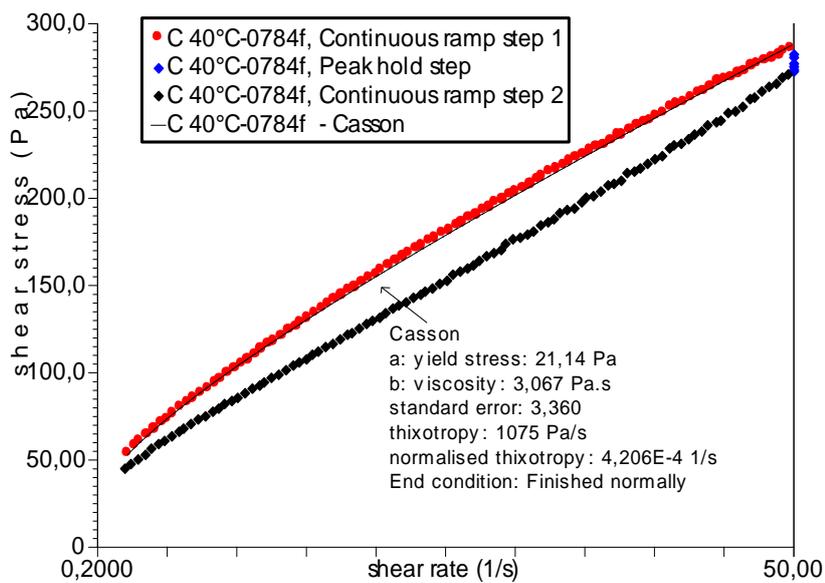


Figure 17 : Rhéogramme de chocolat C

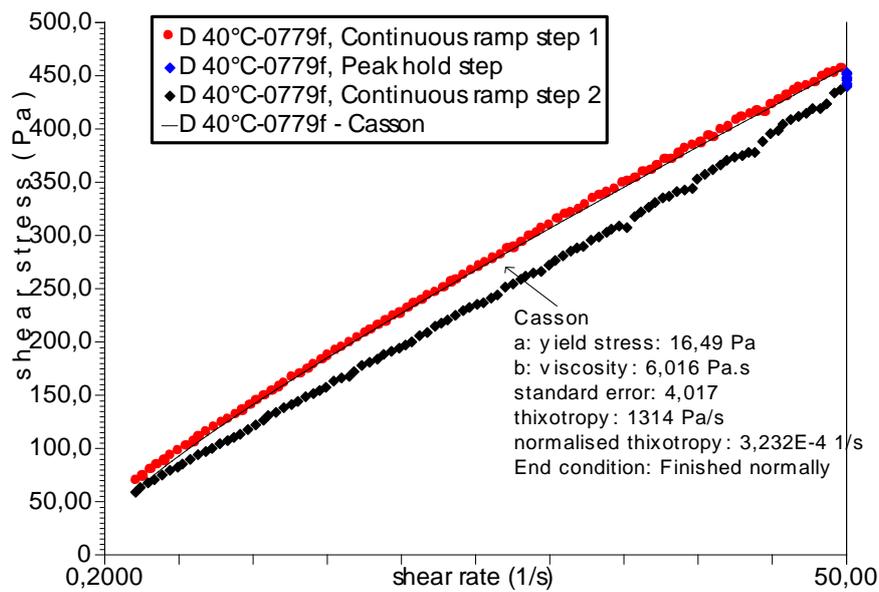


Figure 18 : Rhéogramme de chocolat D

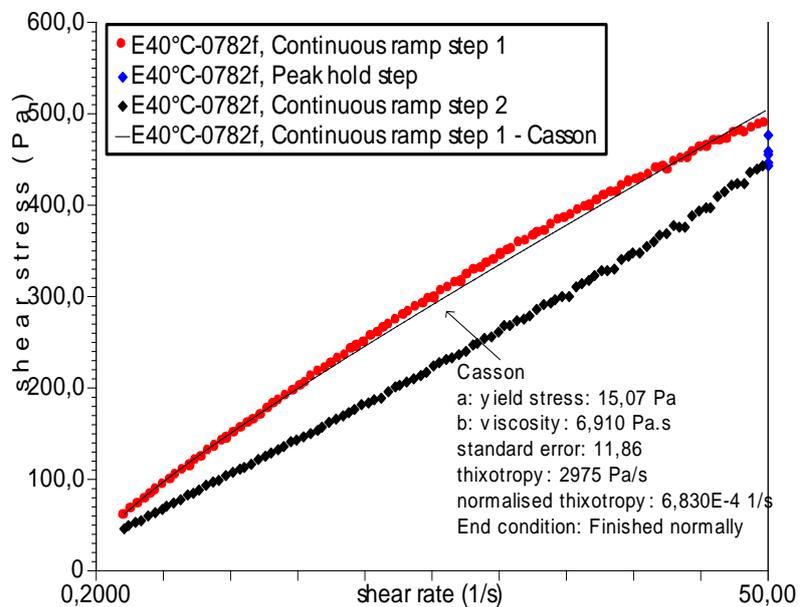


Figure 19: Rhéogramme de chocolat E

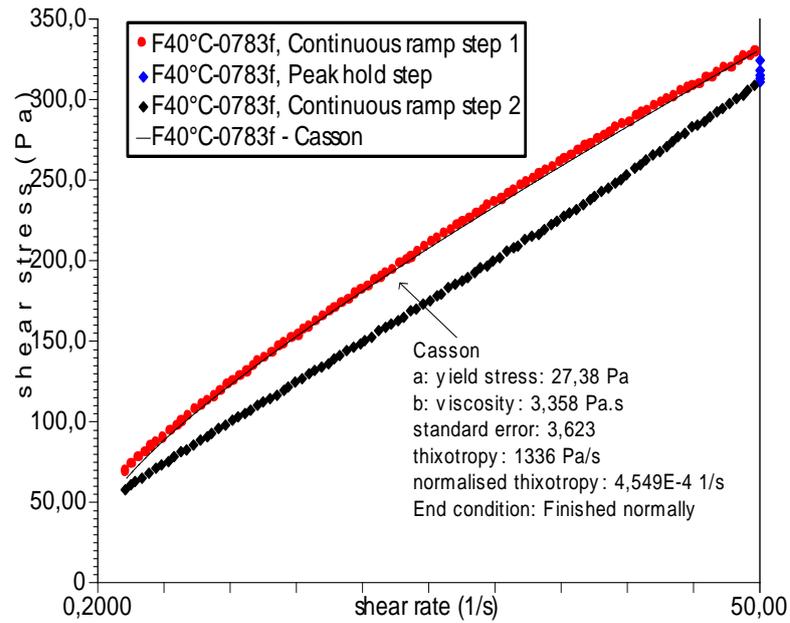


Figure 20 : Rhéogramme pour le chocolat F

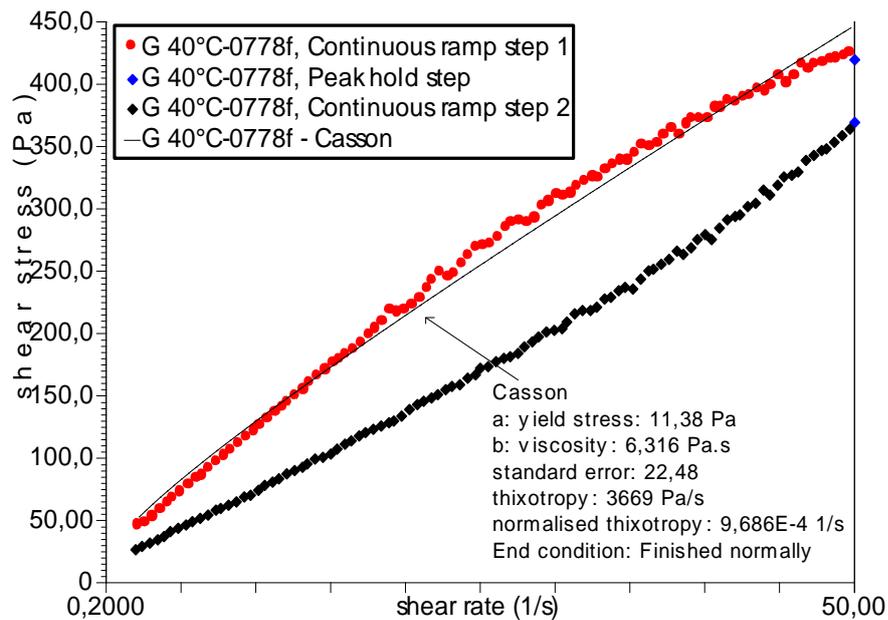


Figure 21 : Rhéogramme de chocolat G

Les résultats des mesures de la viscosité des sept formules (Fig. 15-21) nous montrent un comportement d'une suspension diluée plus marqué pour le chocolat à base de caroube et le chocolat témoin (Fig. 17, 18 et 20). Ceci reflète qu'il n'y a pas d'interactions entre les particules de caroube ou elles sont suffisamment faibles pour ne pas affecter le comportement rhéologique de chocolat. Le chocolat à base de PDS présente une viscosité très élevée (Tableau 20) avec une valeur de 10.43 Pa.s. Nous comparons nos valeurs mesurées avec celle prédite

par le modèle de casson, nous observant sur la figure 15 que nos valeurs sont supérieures à celles du modèle pour le chocolat à base de caroube et datte, mais dans le même ordre de grandeur pour des chocolats à faible teneur en PDS. Donc, plus le pourcentage de la PDS augment plus les valeurs expérimentales s'éloignent du modèle de casson. Donc les chocolats à faible teneur en PDS ont un comportement suspension dilué (Tableau 20). On remarque que le chocolat A est riche en PC mais leur comportement est non newtonien, donc on peut dire que lorsque le pourcentage de la PC augmente la viscosité de chocolat augmente et s'adapte mieux avec le modèle d'Ostwald. Vu le nombre et la complexité des phénomènes intervenant, les causes de ces comportements sont encore mal comprises. Il n'y a pas de théorie satisfaisante acceptée de manière univoque qui prédit la rhéologie des suspensions mais de nombreuses relations empiriques ou semi-empiriques ont été établies. Par exemple, celle de Krieger et Dougherty, exprimant la viscosité relative en fonction de la fraction volumique, décrit bien le comportement d'un grand nombre de suspensions concentrées (chocolat). Cette équation nous montre que la viscosité d'une suspension concentrée a un comportement non newtonien et dépend essentiellement du rapport entre la fraction volumique de solide et la fraction volumique maximale.

VI.2.3.2. Modèle d'Ostwald

Les figures 25, 26, 27 et 28 représentent les rhéogramme de chaque chocolat selon le modèle d'Ostwald.

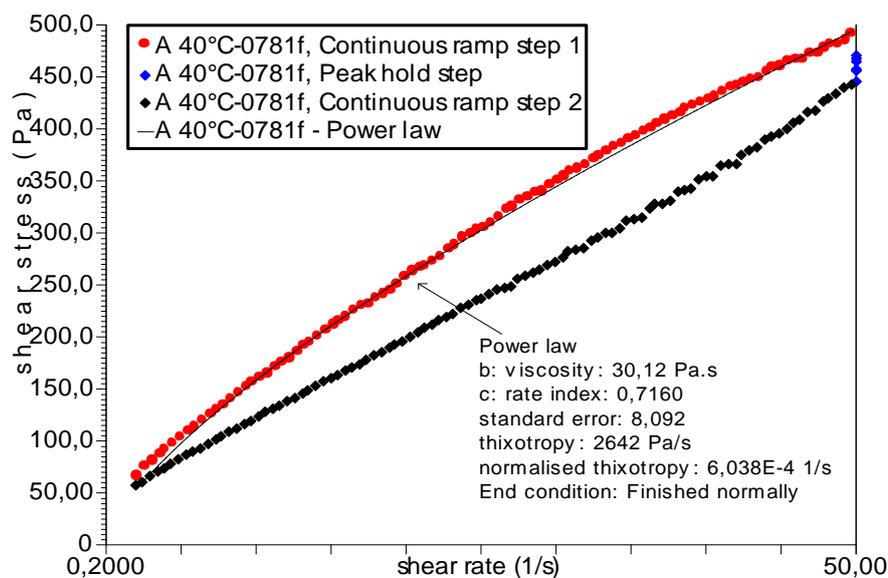


Figure 22 : Rhéogramme de chocolat A

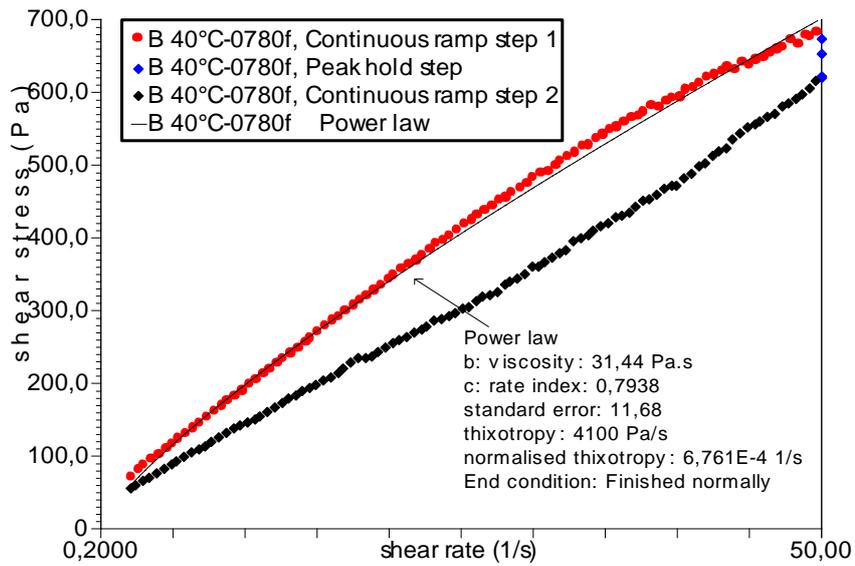


Figure 23 : Rhéogramme de chocolat B

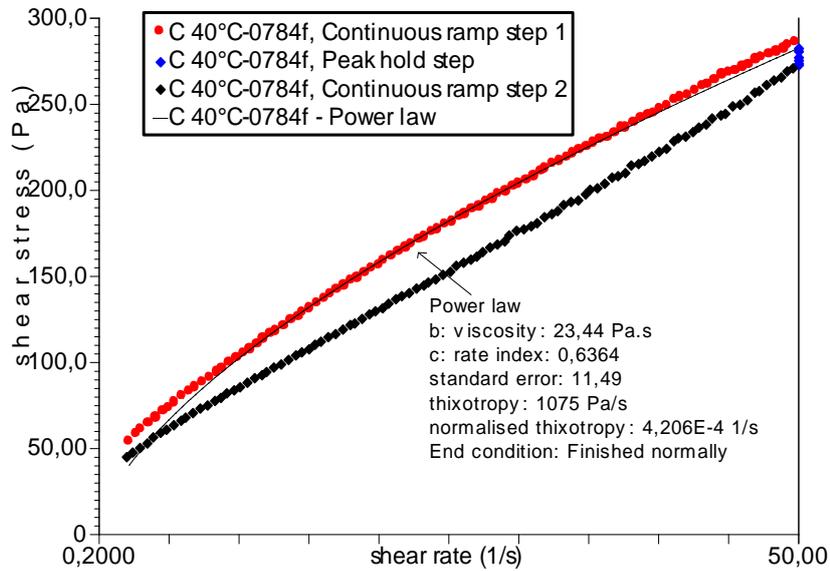


Figure 24 : Rhéogramme de chocolat C

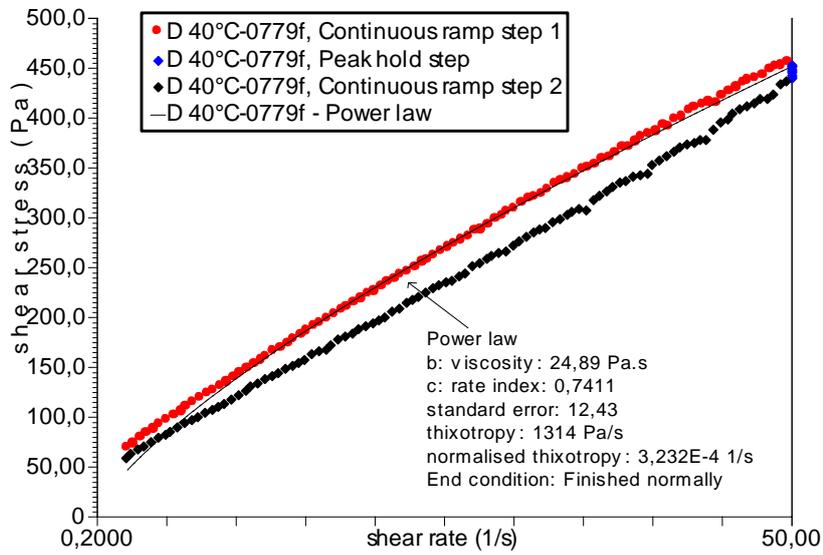


Figure 25 : Rhéogramme de chocolat D

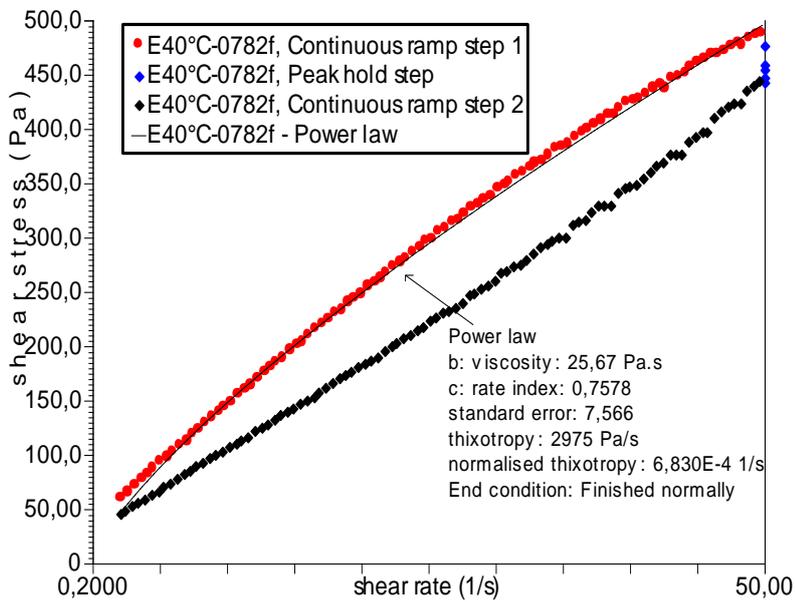


Figure 26 : modèle d'Ostwald pour le chocolat E

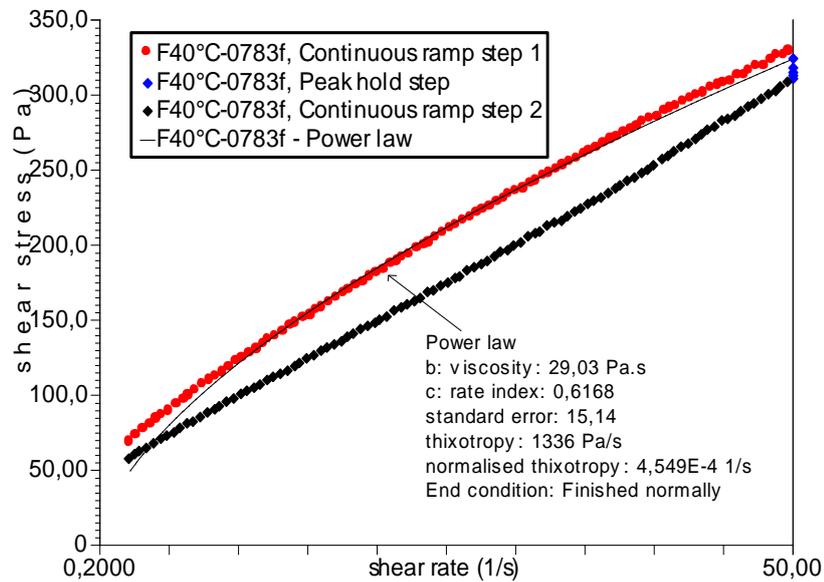


Figure 27 : Rhéogramme de chocolat F

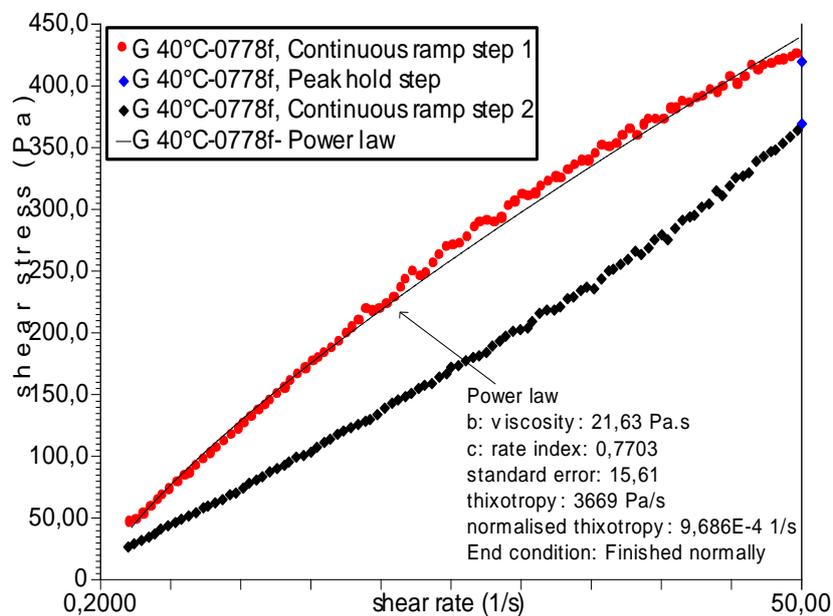


Figure 28 : Rhéogramme de chocolat G

Les mesures de la viscosité des différents chocolats montrent un comportement rhéofluidifiant. Les valeurs de l'exposant n du modèle d'Ostwald sont tous inférieurs à

1 (Tableaux 19 et 20). Cela nous montre qu'il y a des interactions plus marquées avec les particules de la PDS qui ont une tendance à s'agglomérer sous l'effet du mélange.

Tableau 19 : Les valeurs des paramètres d'Ostwald

Chocolat enrichi en PDS et PC	Fraction PDS %	Fraction PC %	Chocolat au lait	
Température			40°C	40°C
Paramètre du modèle			m	n
A	0	36,59	8,092	0,716
B	39,67	0	11,68	0,793
C	0	33,71	11,49	0,636
D	0	0	15,61	0,77
E	11,96	4,84	7,58	0,79
F	0	16,75	11,49	0,636
G	11,19	19,46	15,14	0,616

Pour chaque mesure, l'écart maximum entre la contrainte de cisaillement mesurée et celle prédite par le modèle est présenté dans les figures 22-29. Le modèle d'Ostwald décrit bien le comportement de chocolat à base de PDS, cela peut être expliqué par la taille élevée des particules de la PDS ce qui favorise l'augmentation des forces d'adhésion entre particules.

Tableau 20 : Les caractéristiques du modèle de Casson et d'Ostwald.

Les différentes formules de chocolat	Modèle de Casson			Modèle d'Ostwald		
	Viscosité	Thixotropie	Erreur standard	Viscosité	Thixotropie	Erreur standard
A	6,369	2642	12,14	30,12	2642	8,092
B	10,43	4100	16,86	31,44	4100	11,68
C	3,067	1075	3,360	23,40	1075	11,49
D	6,016	1314	4,017	24,89	1314	15,61
E	6,910	2954	11,86	25,67	2975	7,58
F	3,338	1336	3,623	29,03	1336	15,14
G	6,316	3669	22,48	21,63	3669	15,14

Les prédictions du modèle d'Ostwald s'éloignent des mesures expérimentales pour le pourcentage élevé en PC (Fig. 24, 25 et 27). Sur les figures 22, 23 et 26 nous pouvons comparer le rhéogramme générée par le modèle et celui obtenu expérimentalement pour les différentes fractions de la PDS et la PC. Les résultats nous montrent d'une suspension diluée des chocolats à tendance de s'éloigner d'un comportement newtonien pour des fractions élevées en PDS, cela peut être expliqué par les interactions entre les particules PDS avec les autres ingrédients.

Les résultats de l'étude rhéologique sont résumés comme suit :

- Les Rhéogrammes obtenus montrent que le chocolat a un comportement légèrement thixotrope, cette thixotropie reste toutefois négligeable à l'échelle procédée. La thixotropie est plus marquée avec les chocolats à base de datte.
- Le chocolat à base de la PDS a un comportement Rhéofluidifiant, nettement marqué ce comportement peut être décrit par une loi de puissance de type modèle d'Ostwald.
- L'ajout de la PDS et la PC n'avait pas d'impact sur les paramètres d'écoulement n .
- Globalement l'augmentation de la fraction PDS et PC font augmenter la viscosité de chocolat.
- La faible viscosité de chocolat à base de la PC est expliquée par l'humidité de la poudre de caroube, la fraction de poudre de lait et sucre et par sa capacité d'absorption matière grasse.
- La viscosité du chocolat augmente avec la taille de particule décroissante des autres ingrédients, tels que le beurre de cacao, la liqueur de cacao, le saccharose, ect., si les autres conditions restent constantes.
- Lors de l'analyse de l'influence des fractions PDS-PC sur la rhéologie de chocolat le paramètre d'écoulement n de modèle d'Ostwald augmente avec l'augmentation de la fraction poudre de lait-sucre. Cela est probablement lié à la présence des protéines de la poudre de lait, d'autre part plus les particules de sucre sont fines, plus le chocolat est visqueux pour une teneur donnée en matière grasse.
- Les propriétés épaississantes et gélifiantes de la PDS et PC influencent la rhéologie de chocolat. L'épaississement consiste à augmenter la viscosité d'un liquide sans le rendre solide. Le degré d'épaississement varie avec le pourcentage des poudres.

- Le broyage et conchage du chocolat peuvent avoir un aspect considérable sur la viscosité du chocolat en effet au cour de broyage les particules solide se couvert d'une pellicule de matière grasse ce qui peut influencé les interaction entre elle.
- L'ajout de la PC ne semble pas affecter la Rhéologie de chocolat. Le chocolat à base de PC à un comportement d'une suspension diluée.
- Lorsque la fraction volumique de solide dépasse 0,4, beaucoup de suspensions ont un comportement rhéologique affecté par les interactions qui peuvent exister entre les particules solides. Des comportements rhéofluidifiants, rhéoépaississants mais thixotropes ou rhéopexes sont observés.

VI.2.4. Qualité microbiologiques de chocolats

Les résultats des analyses microbiologiques des chocolats sont représentés dans le tableau 21.

Tableau 21 : Résultats des analyses microbiologiques des diffèrent chocolats

Germes recherchés	Chocolat A	Chocolat B	Chocolat C	Chocolat D	Chocolat E	Chocolat F	Chocolat G	Norme J.O.R.A(1998)
Germes totaux	70	39	30	49	43	34	30	3.10^3-10^4
Coliformes totaux	9	0	4	8	0	0	0	Abs
Coliformes fécaux	0	0	0	0	0	0	0	Abs
Levures	13	23	14	28	17	12	21	3.10^2-10^3
Moisissures	0	0	0	0	1	0	0	3.10^2-10^3

Les problèmes microbiologiques rencontrés dans l'industrie du chocolat sont particuliers par rapport aux autre produits alimentaire, cette particularité est expliqué par deux points : c'est un produits à faible teneur en eau et composé de molécules lipidiques et glucidique, ce qui donne un produit sain sur le plan bactériologique. Cela explique l'absence des bactéries dans le chocolat. La survie des bactéries sporulées et des spores de moisissures ne pose aucun problème dans milieu très hostile. Le sucre est un milieu défavorable au développement des

micro-organismes par sa forte pression osmotique, l'absence de germe confirment la maîtrise des risques microbiologique de la matière première jusqu'au produit fini. Les résultats des analyses microbiologiques montrent une qualité satisfaisante des chocolats élaborés. La présence des coliformes totaux est un indice d'une contamination de manipulation. La présence des levures et des moisissures peut être due à la condition de stockage des différentes poudres utilisées.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude a démontré, encore une fois, la possibilité d'utilisation de la poudre de datte sèche et la poudre de caroube pour l'élaboration des nouveaux aliments sans influencer leurs caractéristiques originales.

Dans un premier temps, la caroube et la datte *Mech Degla* ont été séchées et broyées. La poudre ainsi obtenue a été caractérisée à travers son humidité et son taux de sucre.

Les résultats obtenus révèlent une teneur appréciable en sucre dans la poudre de datte (75.47 g/100g de PDS) et la poudre de caroube (58,64 g/100g de PC), en fibres (3-11 g/100g MS), en cendres et en éléments minéraux, notamment en potassium (315 – 690 mg/100g MS).

Au vue ces teneurs, la PDS et la PC s'adaptent parfaitement à la formulation d'un chocolat. La production du chocolat a été effectuée par une chaîne pilote de la chocolaterie *SOBCO* Palmary Algérie.

Nous avons observé que le chocolat a un comportement légèrement thixotrope. Cette thixotropie reste toutefois négligeable à l'échelle du procédé. Cependant notre chocolat a un comportement rhéofluidifiant nettement marqué. Ce comportement a été analysé par une loi en puissance de type modèle d'Ostwald.

Au cours de l'étude de l'influence de la fraction de la PDS et de PC sur les paramètres d'un modèle d'Ostwald pour la viscosité du chocolat, nous avons observé que la PC n'avait pas d'impact sur le paramètre d'écoulement n , l'effet est plus marqué avec la PDS :

- Globalement l'augmentation de la fraction PDS et PC font augmenter la viscosité de chocolat.
- La faible viscosité de chocolat à base de la PC est expliquée par l'humidité de poudre de caroube, la fraction de poudre de lait et sucre et par sa capacité d'absorption de la matière grasse.
- Lors de l'analyse de l'influence des fractions PDS-PC sur la rhéologie de chocolat le paramètre d'écoulement n de modèle d'Ostwald augmente avec l'augmentation de la fraction poudre de lait-sucre. Cet effet est probablement lié à la présence des protéines de la poudre de lait, d'autre part plus les particules de sucre sont fines, plus le chocolat est visqueux pour une teneur donnée en matière grasse.

- Les propriétés épaississantes et gélifiantes de la PDS et PC influencent la rhéologie de chocolat. L'épaississement consiste à augmenter la viscosité d'un liquide sans le rendre solide. Le degré d'épaississement varie avec le pourcentage des poudres.
- Le broyage et conchage de chocolat peuvent avoir un effet considérable sur la viscosité de chocolat, en effet au cours de broyage les particules solides se couvrent d'une pellicule de matière grasse ce qui peut influencer les interactions entre elles.
- L'ajout de la PC ne semble pas affecter la Rhéologie de chocolat. Le chocolat à base de PC a un comportement d'une fluide suspension diluée.

Les résultats de l'analyse sensorielle montrent qu'il n'y a pas de différence significative entre les différents chocolats du point de vue goût, odeur, texture et aspect visuel.

Tenant compte de la problématique, et d'après nos constatations il semble important d'approfondir le sujet par une étude sur :

- Le rôle de la PDS et la PC sur la rhéologie du beurre de cacao.
- Le développement d'un modèle décrivant la cristallisation et l'évolution des propriétés rhéologiques du chocolat à base de datte et de caroube afin de prévoir son comportement au cours des différentes étapes de son élaboration.
- Le développement d'un modèle permettant de prédire la viscosité du chocolat en fonction des paramètres opératoires et les différentes fractions de la PDS et la PC.

Références bibliographiques

Références bibliographies

Afnor., 1982. Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. Ed. AFNOR, 325p.

Ait Chitt, M., 2007. Production de plantes sélectionnées et greffées de caroubier. Bulletin mensuel d'information et de liaison du programme National de transfert de Technologie en Agriculture (PNTTA) N°13. Université de Maroc.

Albert, L., 1998. La santé par les fruits. Ed. VEECHI. pp 44-47.

Amellal, C.H., 2008. Aptitude technologiques de quelques variétés communes de dattes : formulation d'un yaourt naturellement sucré et aromatisé. Thèse de doctorat. Université de Boumerdes.

Arnaud, T., 2016. Analyse sensorielle temporelle descriptive et hédonique. Thèse doctorat, Université de Bourgogne Franche-Comté, Discipline : Sciences de l'Alimentation. P235.

Ben Hsouna, A. ; Trigui, M. ; Jaoua, S. ; 1986. Evaluation of antimicrobial and antioxidant activities of the ethyl acetate extract of endemic *Ceratonia siliqua* leaves journal of agricultural and food chemistry. Vol. 34. N°5. pp 827-829.

Berrougui, H., 2007. Le caroubier (*Ceratonia Siliqua* L.), une richesse nationale aux vertus médicinales, Maghreb Canada Expresse Vol.5. N°9.

Bentalha, A. ; Rezzoug, kh. ; 2012. Formulation d'un aliment fonctionnel naturel à base de poudre de dattes et de caroube en utilisant la méthode de plan des mélanges. Mémoire de master. Université de Boumerdes.

Babouri, S. ; Nakib, W. ; 2012. Essai d'élaboration des comprimés effervescents à base de la poudre de datte Mech-Degla. Mémoire de master. Université de Boumerdes.

Becu, M., 2012. Etude expérimentale et modélisation de l'écoulement et de la cristallisation du chocolat. Thèse de doctorat. Université Libre de Bruxelles.

Ben Ahmed, A., 2012. Analyses des aptitudes technologiques de poudre de dattes (*Phoenix-dactylifera*.L) améliorées par la spiruline : Etude des propriétés rhéologiques, nutritionnelles et antibactérienne. Thèse de doctorat. Université de Boumerdes.

Benamara, S., 2013. Les dattes sèches transformées en farine ou en comprimés. Alger focus. Une revue de presse.

- Benamraoui, F., 2014.** Elimination des colorants cationiques par des carbones actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.
- Benchabane, A., 2007.** Composition biochimique de la datte (Deglet-Nour) : évaluation et formation de la maturation et fonction de la couleur et des arômes. Institut national agronomique El-Harrach. Thèses de doctorat.
- Benchabane, A., 1993.** Technologie et qualité de la datte. Option méditerranéens : série A. Séminaire méditerranées, N° 28, pp 209-214.
- Bentalha, A.; Rezzoug, kh., 2012.** Formulation d'un aliment fonctionnel naturel à base de poudre de dattes et de caroube en utilisant la méthode de plan des mélanges. Mémoire de master. Université de Boumerdes.
- Bouchatal, S., 2011.** Interdépendances entre les paramètres physiques de la poudre de datte « *Mech-Degla* » et ces propriétés rhéologique. Mémoire de master. Université de Boumerdes.
- Boukhiar, A., 2009.** Analyses du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.
- Bousdira, KH., 2007.** Contribution à la connaissance de la biodiversité du palmier dattier pour une meilleure gestion et une valorisation de la biomasse : caractérisation morphologique de région du Mzab, classification et évaluation de la qualité. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.
- Boughanou, N., 1988.** Essai de production de vinaigre à partir de déchets de dattes. Institut national agronomique El-Harrach, Vol 12(2).
- Boutrik, Y. ; Yahiaoui, Z. ; 2010.** Etude des paramètres rhéologiques des poudres et pastilles des dattes issues de la variété « *Mech-Degla* ». Mémoire de master. Université de Boumerdes.
- Briki, KH. ; Zitouni, N., 2013.** Production d'acide citrique par *Aspergillus niger* cultivée sur milieu à base de dates « *variété Ghars* ». Université d'Ouargla. Mémoire de master.
- Coit., 1967.** Carob varieties for the semi-arid Southwest, fruit varieties. Hort. Digest N°21. pp 5-9.

- Chehma, A. ; Longo, HF., 2001.** Valorisation des sous-produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail. Rev. Energ. Ren : Production et valorisation-biomasse. pp 59-64.
- Chibane, H. ; Benamara, S. ; Noui, Y. ; Djouab, A., 2007.** Some physiochemical and morphological characterizations of three varieties of Algerian common dates. European journal of science research 18(1). pp134-140.
- Dakia, P.A. ; Wathélet, B. ; Aquat, M, 2010.** Influence of galactose content on interactions phenomena and or galactomannans physicochemical properties in solution. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 14(1), pp 213-223.
- Djerbi, M., 1994.** Précis de phoeniciculture. FAO. 192 p.
- Djouab, A., 2007.** Préparation et incorporation dans la margarine d'extrait de dattes des variétés sèches. Université de Boumerdes. Mémoire de magister.
- Daboub I., Ben mbarek S., 2015.** Valorisation des sous-produits du palmier dattier et leurs utilisations. Université Echahid hamma lakhdar-El-Oued. Mémoire de master.
- El Allagui., 2007.** Action de différents extraits végétaux sur la mortalité des nématodes à galles du genre *Meloidogone* ssp. Rev. Tela Botanica Base de données Nomenclaturale de la Flore de France BDNFF, VO. 4. N°4.
- Espiard, E., 2002.** Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Tech et Doc. Lavoisier. pp149-150.
- Estanove, P., 1990.** Valorisation de la datte. Options méditerranées : série A, séminaire méditerranées. N°11, pp 301.
- Favier, J.C. ; Ireland, R.J. ; Laussucq, C. ; Feinberg, M., 1993.** Préparatoire général des aliments, Table de composition des fruits exotiques, fruit de cueillette d'Afrique. Tome 3, Ed. Orstom Editions, Lavoisier, INRA Edition, pp 27-28.
- Gaouar, N., 2011.** Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes. Thèses de Magister Université de Tlemcen.
- Gilles, P., 2000.** Cultiver le palmier dattier. Ed. Ciras, 110 p.
- Guo, B. ; Zou, Q. ; Lei, Y. ; Du, M. ; Liu, M. ; Jia, D 2008.** Crystallization behaviour of PA6: Halloysite nanotubes nanocomposites. Vol. 484.

Hadarah, A., 2013. L'influence des cultivars sur les propriétés fonctionnelles de la caroube libanaise. Université libanaise (Ecole Doctorale des sciences et technologie) Et Université de lorraine (France).

Hamza, N., 2006. Valorisation de la caroube : Extraction et caractérisation de la gamme des graines de caroube et teste de son pouvoir stabilisant. Université de Boumerdes. Mémoire de magister.

Iguergaziz, N., 2012. Essai d'élaboration d'un alicament sous forme de comprimés de dattes entières et/ou dé-sucrées additionnés d'extrait aqueux des feuilles d'olivier algérien. Université M'hamed Bougara Boumerdes. Mémoire de magister.

Kicher., 2016. Valorisation des sous-produits de la caroube *Ceratonia siliqua* mémoire de fin d'étude Université A. Mira – Bejaia.

Kaanin, G. ; Harfi, L., 2011. Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de l'huile du noyau de datte : essai d'incorporation dans une margarine de table. Université de Bejaia. Mémoire de master.

Jammeli, L., 2012. Titulaire d'un mastère de recherche en biologie, spécialité génie alimentaire. Actuellement, elle continue ses études doctorales au sein de l'Ecole Nationale des Ingénieures de sfax (ENIS) (978-3-841-9674-5).

Lecheb, F., 2010. Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.

Medouni, H., 2013. L'incorporation de la farine de caroube avec la poudre du gland de chaine vert et les écorce d'orange dans l'alimentation de poulet de chair en substruction partielle au maïs. Thèses de Master. Université de Boumerdes.

Mahtout, D. ; Saidani, S., 2017. Elaboration d'une crème glacée au sirop de dattes. Mémoire de master. Université A. Mira-Bejaia.

Messaid, B.H., 2008. Optimisation du processus d'immersion-Rehydratation du système.

Mansouri, A. ; Embarek, G. ; kokkalou, E. ; kefalas, P. ; 2005. Phenolic profile and antioxidant activity of the algerian ripe date palm fruit. Journal of Food chemistry. Vol 89, pp 411-420.

- Mechraoui, N; Belkhadem, S., 2009.** Optimisation de la production de la biomasse *Saccharomyces cerevisiae* cultivée dans un milieu à base d'extrait de dattes sèches variété Mech-Degla. Mémoire de master. Université de Boumerdes.
- Munier, P., 1973.** Le palmier dattier. Ed. Maisonneuve, Paris, 221p.
- Noui, Y., 2007.** Caractérisation physico-chimique comparatives des deux principaux tissus constitutifs de la pulpe de datte Mech-Degla. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.
- Noui, Y., 2017.** Fabrication et caractérisation des produits alimentaire élaborés à base de dattes (*Phoenix-dactylifera.L*). Thèse de doctorat. Université de Boumerdes.
- Parrado., 2008.** production of a carob enzymatic extract : potentiel Use as a biofertilizer bioresource Technology Vol.99. pp. 2312-2318.
- Pietersen, C. ; Bardi C., 2013.** Livre d'or du chocolat Prisma Eds. 2810404291, 640p
- Quezel., 1963.** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertique méridionales(Tomel), Editions du centre national de la recherche scientifique PP.557.
- Rejeb., 1995.** Le caroubier en Tunisie : situation et perspectives d'amélioration quel avenir pour l'amélioration des plantes ? Edition AUPELFUREF John Libbey Eurotext, paris, pp79-85.
- Sanchez., 2010.**Carobpod as a feedstock for the production of bioéthanol in Mediterranean area. Applied Energy, 87, 3417-342.
- Shuai, R., 2016.** The effect of chocolate components and tempering on resistivity and viscosity. The Ohio State University.
- Tortora, G.J. ; Anagnostakos, N.P., 1987.** Principes d'anatomie et de physiologie. 5^{ème} édition, pp 688-693.

Annexes

Annexe-1-

V.5. Evaluation microbiologique du chocolat

Préparation de la suspension mère :

- ✓ Prélever aseptiquement 1 g de l'échantillon à analyser ;
- ✓ Ajouter, aseptiquement, dans un sac en plastique stérile, 9 ml d'eau physiologique ;
- ✓ Mélanger pendant 4 ou 5 minutes, jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.

1. Dénombrement des germes totaux

- **Principe**

Il consiste à prendre 1 ml de la suspension mère et l'incorporer dans un milieu solide **P.C.A** (Plat Count Agar), préalablement fondu pour dénombrement.

- **Technique**

Porter 1ml de la suspension mère avec une pipette stérile dans les boites de pétri vides et stériles inscrite toutes information, puis couler environ de 20 ml de la gélose **P.C.A** fondu dans les boites de pétri précédentes, mélanger l'inoculum au milieu en faisant des mouvements rotatoires ou circulaires.

- ✓ Incubation : 30°C pendant 72 heures.

- **Lecture**

Les colonies se présentent sous formes lenticulaires en masse. On ne dénombre que les boites contenant entre 30 et 300 colonies.

2. Dénombrement des levures et moisissures

- **Principe**

Les levures et moisissures sont des microorganismes qui, après ensemencement en surface sur un milieu inhibiteur pour les bactéries aérobies, le milieu sélectif utilisé est gélose **O.G.A** (oxytétracycline glucose agar).

- **Technique**

Etaler 1 ml de la suspension mère (10^{-1}) sur la surface d'une boite de pétrie contenant la gélose **O.G.A** ;

- ✓ Incubation : 25°C pendant 5 jours.

- **Lecture**

- ✓ les levures se présentent sous formes des colonies rondes ou ovales.
- ✓ les moisissures se présentent sous formes filamenteuses.

3. Recherche des coliformes totaux et fécaux

- **Principe**

Le milieu est la gélose biliée lactosée au rouge neutre et au cristal violet, c'est un milieu sélectif qui permet de dénombrer les coliformes par ensemencement en masse.

- **Technique**

Porter 1ml de l'échantillon à l'aide d'une pipette stérile dans les boîtes de pétri vides et stériles, puis couler environ de 15 ml de la gélose **V.R.B.G**, après solidification ajouter la 2^{ème} couche de la gélose **V.R.B.G**.

- ✓ Incubation :
 - Coliforme totaux 30°C pendant 24 heures.
 - Coliforme fécaux 44°C pendant 24 heures.

- **Lecteur**

Les colonies se présentent sous forme de colonies rouge foncées et d'un diamètre de moins de 0,5 mm et ayant une forme ronde lenticulaire.

Annexe-2-

Les courbes d'étalonnage

1. Les éléments minéraux

Tableau A1 : La gamme étalon de potassium

Concentration en mg/l	150	300	450	600	750	900
Solution de potassium en ml	10	20	30	40	50	60
Eau distillée en ml	90	80	70	60	50	40
Densité optique	3,31	4,90	6,26	7,58	8,64	9,71

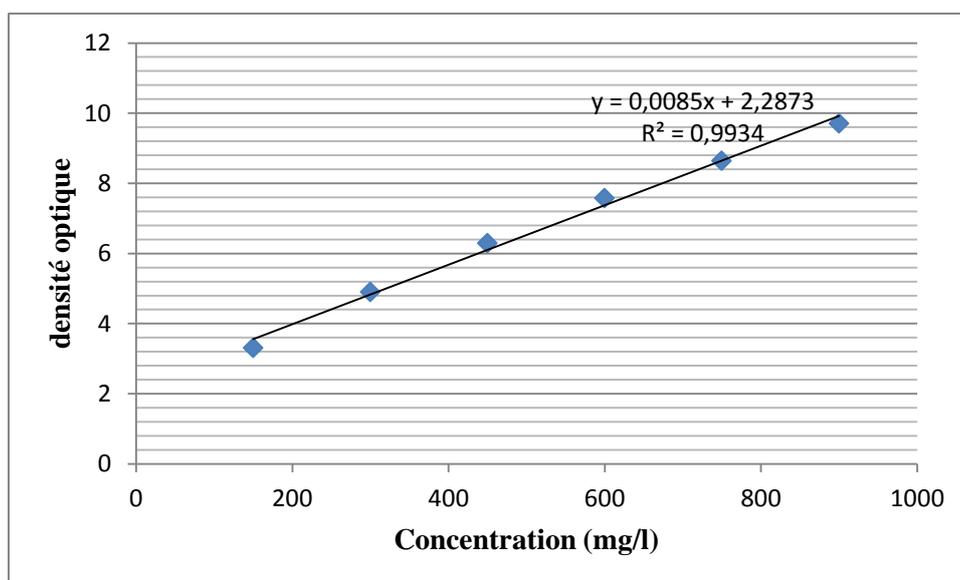


Figure 1 : courbe d'étalonnage de KCl

Tableau A2 : La gamme étalon de Na

Concentration en mg/l	10	20	30	40	50	60
Solution de sodium en ml	2	4	6	8	10	12
Eau distillé en ml	98	96	94	92	90	88
Densité optique	0,17	0,38	0,55	0,66	0,69	0,78

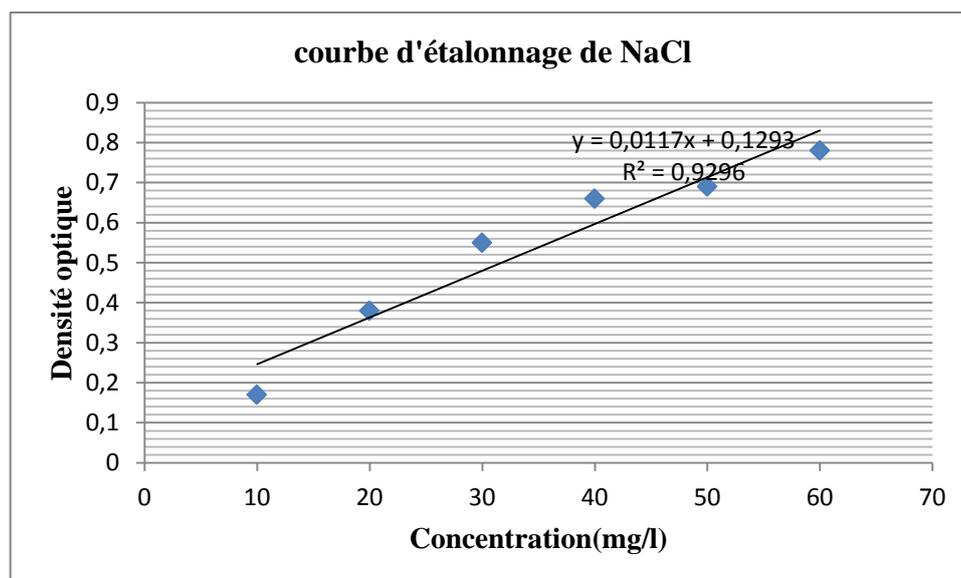


Figure 2 : Courbe d'étalonnage de NaCl

Conversion de mg/l en mg/kg :

Métal (mg / kg) = [concentration de métaux (mg / L) X volume de l'échantillon (ml)] / [poids de l'échantillon (kg) x 1000] est ok, vous pouvez également utiliser:

Métal (mg / kg) = [concentration de métaux (mg / L) X volume de l'échantillon (L)] / [poids de l'échantillon (kg)]

2. Les sucres totaux :

Tableau A3 : Gamme étalon de glucose à 0,01% pour les sucres totaux

Concentration en mg/ml	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
Quantité de glucose en ml	0	0,02	0,04	0,06	0,08	1
Eau distillé en ml	0	9,8	9,6	9,4	9,2	9
Densité optique	0	0,154	0,497	0,820	0,994	1,072

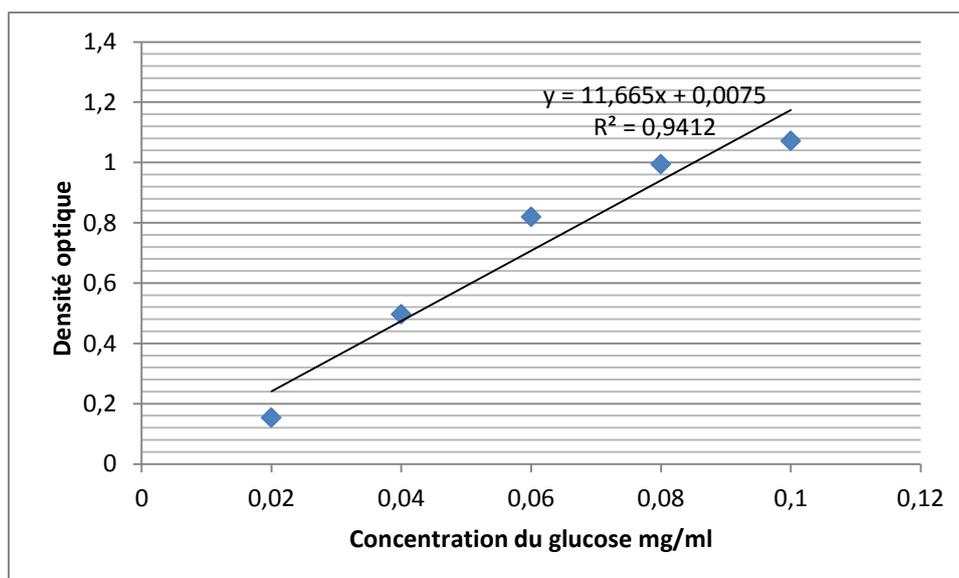


Figure 3 : Courbe étalon de glucose à 0,01g

Conversion de mg/l en mg/kg :

$$\text{Élément } (\mu\text{g} / \text{g}) = (C) (V) (\text{d.f}) / W$$

Soit : C : La concentration de l'élément dans la solution d'échantillon en mg / L; V : Le volume de la solution d'échantillon non diluée en ml; W : Le poids de l'échantillon en grammes; et d.f : Le facteur de dilution, s'il est utilisé, comme décrit ci-dessous:

d.f = volume de solution d'échantillon dilué en ml / volume d'aliquote prélevé pour dilution en ml

- Si vous connaissez la densité de la solution exprimée en kg / l, vous pouvez diviser votre valeur en mg / l par la densité de sorte que (mg / l) / (kg / l) donne une valeur en mg / kg.

Annexe-3-

VI.2.1. Evaluation sensorielles des chocolats enrichis en PDS et en PC

Les tableaux des appréciations des 22 dégustateurs respectivement pour les critères : odeur, texture, gout, aspect visuelle

Tableau A4 : Résultats de test de dégustation des différents chocolats à base de PDS et PC (odeur)

Nombre de sujet	A	B	C	D	E	F	G
1	7	4	5	6	2	1	3
2	3,5	6,5	6,5	5	1,5	3,5	1,5
3	5,5	2,5	5,5	2,5	7	2,5	2,5
4	4	1,5	1,5	4	4	7	6
5	4,5	4,5	6,5	1	2,5	6,5	2,5
6	2,5	5	1	2,5	5	7	5
7	4,5	4,5	2	1	7	4,5	4,5
8	1,5	5	1,5	6,5	4	6,5	3
9	1,5	5	1,5	6,5	6,5	3,5	3,5
10	4,5	4,5	6	1,5	1,5	7	3
11	3	3	3	6,5	3	3	6,5
12	6	1	7	2	3	5	4
13	7	5,5	2	5,5	1	4	3
14	5	4	7	6	3	1	2
15	2,5	6	6	2,5	6	2,5	2,5
16	5,5	5,5	5,5	2	2	5,5	2
17	6,5	4,5	1	4,5	2,5	6,5	2,5
18	7	4,5	4,5	1,5	1,5	4,5	4,5
19	7	5	1,5	3,5	1,5	6	3,5
20	7	2,5	2,5	1	4,5	4,5	6
21	2	5	3	4	1	6	7
22	4	4	4	4	4	4	4
Somme des	102	93,5	84	79,5	74	102	82

Rangs							
Classement	1	3	4	6	7	1	5
R2	1032,25	8742	7056	6320	5476	1032,25	6724

Tableau A5 : Résultats de test de dégustation des différents chocolats à base de PDS et PC (texture)

Nombre de sujet	A	B	C	D	E	F	G
1	2	1	7	3	4	5	6
2	3,5	1,5	5	6,5	3,5	6,5	1,5
3	6	4	4	1,5	7	1,5	4
4	5	1,5	5	5	1,5	7	3
5	7	5,5	5,5	3,5	1,5	1,5	3,5
6	1,5	5,5	4	4	4	5,5	1,5
7	7	4	4	6	1,5	4	1,5
8	3	4	6	2	6	6	1
9	5	2	5	5	2	7	2
10	4,5	2,5	6	1	2,5	7	4,5
11	3	6	6	6	1	3	3
12	6,5	1	5	3	4	6,5	2
13	7	4	6	5	3	2	1
14	7	2	6	3	1	5	4
15	2,5	5,5	5,5	2,5	7	2,5	2,5
16	6	1,5	6	3,5	3,5	6	1,5
17	6	3	1	3	3	6	6
18	7	6	5	2,5	2,5	2,5	2,5
19	7	5	1,5	3	1,5	6	4
20	3	5,5	3	1	3	7	5,5
21	2	3	5	6	1	4	7
22	5	5	5	1,5	5	1,5	5
Somme des Rangs	106,5	79	106,5	77,5	69	103	72,5

Classement	1	3	1	4	6	2	5
R ²	11342	6241	11342	6006	4761	10609	5256

Tableau A6 : Résultats de test de dégustation des différents chocolats à base de PDS et PC (gout)

Nombre de sujet	A	B	C	D	E	F	G
1	7	1	6	5	2	5	4
2	1,5	6,5	3,5	6,5	5	3,5	1,5
3	2	6	6	2	6	2	4
4	2,5	2,5	5	2,5	2,5	7	6
5	5,5	5,5	2,5	1	2,5	5,5	5,5
6	4,5	6,5	1	2,5	2,5	4,5	6,5
7	7	4,5	1,5	1,5	4,5	4,5	4,5
8	3	1,5	1,5	4,5	6,5	6,5	4,5
9	7	3	6	3	3	3	3
10	4,5	4,5	6	2	2	7	2
11	1	4	4	7	4	4	4
12	6	1	4	2	3	7	5
13	7	5	6	4	3	2	1
14	7	3	6	2	1	5	4
15	5,5	2,5	5,5	1	2,5	5,5	5,5
16	6,5	4,5	6,5	2	2	4,5	2
17	3,5	2	1	7	5,5	5,5	3,5
18	7	6	5	4	2	2	2
19	6,5	3	1	2	4,5	4,5	6,5
20	5	7	1,5	1,5	3	5	5
21	7	6	3	2	1	5	4
22	2,5	2,5	5,5	1	5,5	5,5	5,5
Somme des	109	88	88	66	73,5	104	89,5

rangs							
Classement	1	4	4	6	5	2	3
R ²	11881	7744	7744	4356	5402	10816	8010

Tableau A7 : Résultats de test de dégustation des différents chocolats à base de PDS et PC (aspect visuelle)

Nombre de sujet	A	B	C	D	E	F	G
1	7	5	4	6	1	2	3
2	3	3	3	6,5	3	6,5	3
3	1,5	4,5	4,5	1,5	7	4,5	4,5
4	6	2	2	2	4,5	7	4,5
5	1	6	2	3,5	3,5	6	6
6	1,5	5	1,5	3	5	7	5
7	5,5	3,5	1,5	1,5	3,5	7	5,5
8	3	1,5	1,5	4,5	6,5	6,5	4,5
9	1,5	3,5	1,5	6	6	6	3,5
10	7	3,5	1,5	3,5	1,5	5	6
11	3	6,5	3	6,5	3	3	3
12	1	4	3	7	5	2	6
13	4	3	1	7	6	5	2
14	4	2	3	7	1	6	5
15	4	4	4	4	4	4	4
16	5,5	2	5,5	5,5	2	5,5	2
17	6	2,5	2,5	7	2,5	5	2,5
18	4,5	4,5	1,5	4,5	7	4,5	1,5
19	5,5	1,5	1,5	3	5,5	5,5	5,5
20	4	3	1	2	5	6	7
21	7	5	4	2	1	6	3
22	3	6	1	6	6	3	3
Sommes des rangs	88,5	81,5	54	99,5	89,5	113	90
classement	5	6	7	2	4	1	3
R ²	7832	6642	2916	9900	8010,5	12769	8100

Exemple d'un bulletin de dégustation des différents chocolats.

Nom et prénom : BAKASARA

(18)

Produits	A	B	C	D	E	F	G
Caractéristiques							
Aspect visuel : Couleur du chocolat et brillant	5	5	7	5	4	5	7
Bruit et odeur du chocolat	4	5	5	6	6	5	5
Texture en bouche : croquant, fondant, farineux, gras	3	4	6	7	7	7	7
Goût du chocolat	2	4	5	6	7	7	7

DAHMANI YASMINA

(19)

Produits	A	B	C	D	E	F	G
Caractéristiques							
Aspect visuel : Couleur du chocolat et brillant	5	6	6	5,5	5	5	5
Bruit et odeur du chocolat	2	5	7	6	7	4	6
Texture en bouche : croquant, fondant, farineux, gras	2	5	7	6	7	4	5,5
Goût du chocolat	3	5,5	7	6	5	5	3

Produits	A	B	C	D	E	F	G
Caractéristiques							
Aspect visuel : Couleur du chocolat et brillant	4	5	7	6	3	2	1
Bruit et odeur du chocolat	2	6	6	7	5	5	4
Texture en bouche : croquant, fondant, farineux, gras	5	4	5	6	5	3	4
Goût du chocolat	4	3	6	6	5	4	4

IGHISLIMANE FOUBIA

Nom et prénom : Medjekane Samah

(21)

Produits	A	B	C	D	E	F	G
Caractéristiques							
Aspect visuel : Couleur du chocolat et brillant	1	3	4	6	7	2	5
Bruit et odeur du chocolat	6	3	5	4	7	2	1
Texture en bouche : croquant, fondant, farineux, gras	6	5	3	2	7	4	1
Goût du chocolat	1	2	5	6	7	3	4