

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

**ELABORATION D'UN SIROP ET D'UNE GELÉE ALIMENTAIRE À PARTIR
D'UN JUS DE DATTE SÈCHE « MECH-DEGLA » CLARIFIÉ**

Présenté par : Berdioui Nadia
Guerchaoui Nafissa

Soutenu le : 03/07/2018

Jury:

Présidents : BENAKMOUM A.

Examinatrice : LARID R.

Promoteur : ZIDANI S.

MC (A) UMBB

MA (A) UMBB

MC (B) UMBB

Promotion 2018

Remerciements

Nous tenons à remercier en premier lieu, Dieu le tout puissant pour la volonté, la santé et le courage qu'il nous a donné pour accomplir ce travail.

Ce travail est pour nous l'occasion d'exprimer notre reconnaissance à celles et ceux qui ont permis sa réalisation et qui ont accepté de le juger.

En premier lieu, nos remerciements s'adressent à notre promoteur

Mr Zidani .S d'avoir accepté d'encadré ce travail, pour ses conseils ses encouragements, sa disponibilité et son aide la longue durée de notre stage,

Nous remercions en particulier Mr Benchama. A pour ses critiques constructifs, sa compétence et pour tous les heures qu'il a consacré à diriger cette recherche, nous lui sommes très reconnaissants.

Nous remercions également à Mr Benakmoum .A a l'honneur qu'il nous a fait en présidant le jury de cette soutenance, à Mme Larid R. d'avoir accepté d'examiné notre travail.

Nous sommes très heureuses du pouvoir exprimer notre profond remerciement à tous nos enseignants (es), laborantins(es), de département de génie alimentaire, et à toute personne qui a participé de près ou de loin dans la réalisation de ce modeste travail.

Dédicaces

Au nom de l'amour et de respect, je dédie ce modeste travail :

A mes très cher parents qui ont attend ce jour avec

Impatience et qui n'ont jamais cessés de m'encourager et ont

Toujours sacrifie pour mon bonheur

A mon cher mari « AISSA ».

A mon bonheur « RIAD ».

A mes très chères sœurs :

WASSILA et son mari M'hamed et ses enfants Sarah et Abd Al-Rahim.

CHAHIRA et son mari Abd Al-Rahman.

A mes très chers frères :

Mohamed Redha et Mahdi Aissa.

A ma belle-mère.

A la famille BERDIOUI et CHAREF

*A ma meilleur amie Ben kaouas Fadila qui ma encouragé depuis premier jour de notre
connaissance.*

A mes ami(e).

A ma binôme Nafissa et sa famille.

A toute personne que je connais à ceux que j'aime et qui m'aiment.

NADIA

Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail à :

A mes deux chers au monde que sans eux je ne pourrais jamais être ce que je suis maintenant, ma chère mère et mon cher papa, qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance, que dieu les bénisse.

A la mémoire de ma belle-mère, que dieu l'accueille dans son vaste paradis.

A mon tendre époux « Dou-djaber ».

A mes deux trésors « Majda » et « Narjes ».

A ma chère famille du plus grande jusqu' a le plus petite.

A ma belle-famille.

A Mme Bouakel F, que je la remercie infiniment.

A ma binôme Nadia et sa famille.

Ames chères amies « Kahina, Dalila, F. Zohra, Khalida ».

A toute personne que je connais à ceux que j'aime et qui m'aiment.

NAFISSA

Résumé

Le présent travail porte sur l'étude de la clarification du jus brut de datte par la gélatine, les tanins, la bentonite et le kieselguhr. Le jus clarifié par la bentonite a été utilisé pour la fabrication de la gelée et du sirop de datte. La poudre de datte obtenue par séchage a été caractérisée par plusieurs tests. La poudre de datte sèche de la variété *Mech Degla* est riche en sucres (75.47g/100g MS), minéraux (k : 517.39 mg/100g et Na : 79.35 mg/100g) et fibres (3.62 %). Le jus brut de datte est légèrement acide (0.64 %) et riche en fraction glucidique (12° Brix), mais trouble (888 NTU). Au cours de cette clarification, un effet synergique a été remarqué entre l'action de la gélatine et celle des tanins. La bentonite est plus efficace pour la clarification du jus de datte, avec une concentration micellaire critique de 1 % et une turbidité de 7.01 NTU. Le comportement rhéologique de la gelée a été analysé par une loi en puissance de type modèle d'Ostwald. La gelée a un comportement rhéofluidifiant mais thixotrope. Les résultats de l'analyse sensorielle montrent que le sirop le moins concentré est meilleur du point de vue odeur, saveur sucré et saveur acide.

Mots clés : poudre de datte sèche, jus clarifié, sirop, gelée.

Summary

This work investigates of the clarification of crude date juice by gelatin, tannins, bentonite and kieselguhr. Bentonite clarified juice was used for the production of jelly and date syrup. The date powder obtained by drying has been characterized by several tests. The dry date powder of the *Mech Degla* variety is rich in sugars (75.47g / 100g MS), minerals (k: 517.39 mg / 100g and Na: 79.35 mg / 100g) and fibers (3.62%). The crude date juice is slightly acidic (0.64%) and rich in carbohydrate fraction (12 ° Brix), but turbid (888 NTU). During this clarification, a synergistic effect remarked between the action of gelatin and that of tannins. Bentonite is more effective for the clarification of date juice, with a critical micellar concentration of 1% and a turbidity of 7.01 NTU. The rheological behavior of the jelly was analyzed by a Ostwald model. The jelly has a rheofluidifying but thixotropic behavior. The results of the sensory analysis show that the less concentrated syrup is better in smell, sweet flavor and acid flavor.

Key words: date powder, clarified juice, syrup, jelly.

ملخص

يتناول هذا العمل دراسة تصفية عصير التمر الخام بواسطة الجيلاتين والتانينات والبنطونيت ودياتوميت. تم استخدام العصير المصفى بالبنطونيت لإنتاج هلام وشراب التمر. تمت دراسة مسحوق التمر الذي تم الحصول عليه عن طريق التجفيف بعدة اختبارات. بودرة التمر الجاف " مش د قلة " غنية بالسكريات (75.47 غ/100 غ)، والمعادن (بوتاسيوم 517.39 ملغ/100 غ وصوديوم 79.35 ملغ/100 غ) والألياف (3.62 غ/100 غ). عصير التمر الخام قليل الحموضة (0.64 %) وغني في الكربوهيدرات (12 درجة بركس)، ولكن معكر (888 NTU). خلال هذه التصفية، لوحظ تأثير تآزري بين عمل الجيلاتين و التانينات. البنطونيت هو أكثر فعالية لتصفية عصير التمر، مع تركيز خلوي حرج 1 % والتعكر 7.01 NTU. تم تحليل السلوك الانسيابي للهام بواسطة قانون قوة نموذج أوستوالد. يمتلك الهلام سلوكًا متغيرًا، لكنه متغير الانسيابية. تظهر نتائج التحليل الحسي أن شراب المخفف أفضل من وجهة نظر الرائحة والنكهة الحلوة ونكهة الحمض.

الكلمات الدالة : بودرة التمر، العصير المصفى، شراب التمر، هلام.

Table des matières

Sommaire

Introduction.....	1
Partie 1 : Partie bibliographique	
Chapitre 1 : Dattes sèches	
I.1. Généralités sur la datte.....	3
I.2. production de datte en Algérie	3
I.3. Les variétés des dattes.....	4
I.3.1. Dattes molles	5
I.3.2. Dattes demi molles	5
I.3.3. Dattes sèches de consistance dure	5
I.4. Description du cultivar Mech-Degla.....	5
I.5. Composition de la datte.....	5
I.5.1. Composition biochimique de la partie comestible.....	5
I.5.2.Composés phénoliques.....	8
I.6. Synthèse des travaux sur la valorisation des dattes sèche.....	9
I.7.Préparation des jus brut des dattes sèche.....	13
Chapitre 2 : Clarification des jus	
II.1. Introduction.....	14
II.2. Procédés de clarification.....	14
II.2.1. Agents clarifiants.....	14
II.2.1.1.Gélatine.....	14
II.2.1.2. Tanins.....	16
II.2.1.3. Bentonite.....	17
II.2.1.4. Terre diatomée ou Kieselguhr.....	19
II.2.2. Mécanisme de clarification par Collage.....	20
Chapitre 3 : Gélification	
III.1. Gélification des pectines.....	23
III.2. Mécanisme de la gélification.....	23
III.3. La gelée alimentaire.....	25
III.3.1. Procédé de production de la gelée.....	25

Partie : Partie pratique

Chapitre 4 : Matériel et méthodes

IV.1. Problématique.....	27
IV.2. Démarche expérimentale.....	27
IV.3. Caractérisation physico-chimiques de la poudre de datte sèche (PDS).....	29
IV.3.1. pH.....	29
IV.3.2. Détermination de teneur en cendre.....	29
IV.3.3. Détermination des éléments minéraux.....	29
IV.3.4. Détermination de l'acidité titrable.....	30
IV.3.5. Détermination de la teneur en eau.....	30
IV.3.6. Détermination du taux solide soluble (TSS ou° Brix).....	31
IV.3.7. Détermination de la teneur en fibres totaux.....	31
IV.3.8 Dosage des sucres totaux.....	32
IV.3.9. Répartition granulométrique de poudre.....	32
IV. 3.10.Analyse thermique par la colorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	32
IV.3.11.diffraction par rayon X.....	33
IV.4. Obtention et caractérisation de jus brut de datte.....	34
IV.4.1. Fabrication du jus brut.....	34
IV.4.2. Evaluation physico-chimique de jus brut.....	36
IV.4.2.1. pH.....	36
IV.4.2.2. Acidité.....	36
IV.4.2.3.Turbidité.....	36
IV.5. Essai de clarification de jus brut.....	36
IV.6. Essai de fabrication de sirop et de la gelée de datte.....	39
IV.6.1. Processus de fabrication du sirop et de la gelée de datte.....	39
IV.6.2. Evaluation physico-chimique de sirop et de la gelée de datte.....	40
IV.6.2.1.Le pH.....	40
IV.6.2.2. Le brunissement non enzymatique.....	40
IV.6.2.3.Indice de formol.....	40
IV.6.2.4. Teneur en Hydroxy méthyl furfural (H.M.F).....	41

IV.7. Etude du comportement rhéologique de la gelée suivant la méthode standard	41
IV.8. Analyses sensorielles du sirop de datte.....	42
IV.8.1. But.....	42
IV.8.2. Déroulement du test de classement selon Friedman.....	43
Chapitre 5 : Résultats et discussions	
V.1. Evaluation des qualités physico-chimiques de la PDS.....	44
V.1.1. Caractéristiques physico-chimiques de la PDS.....	44
V.1.2. Diffraction par rayon X.....	46
V.1.3. Granulométrie de la PDS.....	47
V.1.4. Analyse thermique.....	48
V.2. Caractéristique de jus de datte brut et les essais de clarification.....	49
V.2.1. Caractéristique physicochimique du jus brut.....	49
V.2.2. Essai de clarification de jus brut.....	50
V.2.2.1. Essai de clarification de jus brut par la gélatine.....	50
V.2.2.2. Essai de clarification de jus brut par les tanins.....	52
V.2.2.3. Essai de clarification de jus brut par le mélange tanin-gélatine.....	54
V.2.2.4. Essai de clarification de jus brut par kieselguhr.....	56
V.2.2.5. Essai de clarification de jus brut par la bentonite.....	57
V.2.2.6. Essai de clarification de jus brut par mélange kieselguhr et bentonite.....	57
V.3. Caractéristiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte.....	58
V.3.1. Caractéristiques physico-chimiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte.....	58
V.3.2. Brunissement non enzymatique.....	59
V.3.3. Indice de formol.....	59
V.3.4. Hydroxyl méthyl furfural (HMF).....	60
V.4. Comportement rhéologique de la gelée.....	60
V.4.1. Comportement rhéologiques selon la méthode standard.....	60
V.4.2. Modèle de Casson.....	62
V.4.3. Modèle d'Ostwald.....	63
V.5. Evaluation sensorielles de sirop de datte.....	65
Conclusion générale.....	66

Liste de tableaux

Tableau 1 : Production des dattes en Algérie de la campagne agricole (2000 /2001), en quintaux	4
Tableau 2 : Description du cultivar Mech-Degla d'Algérie.....	5
Tableau 3 : Composition biochimique des dattes sèches.....	6
Tableau 4 : Teneur en composés phénoliques de quelques variétés de datte Algériennes.....	8
Tableau 5 : Principales utilisations des dattes.....	9
Tableau 6 : Composition de la gélatine commerciale.....	15
Tableau 7 : Composition des gallotanins.....	17
Tableau 8 : Composition de la bentonite proposé pour le traitement des jus.....	18
Tableau 9 : Composition du Kieselguhr.....	19
Tableau 10 : Préparation de jus brut de datte.....	34
Tableau 11 : Les concentrations des agents clarifiants : gélatine et tanins.....	38
Tableau 12 : Les concentrations des agents clarifiants : bentonite et kieselguhr.....	38
Tableau 13 : Préparation des échantillons pour la lecture spectrophotométrique.....	41
Tableau 14 : Principales caractéristiques physico-chimiques de la PDS.....	44
Tableau 15 : La composition des éléments minéraux de la PDS.....	46
Tableau 16 : Les valeurs des pics majoritaires de Diffractogramme.....	47
Tableau 17 : Caractéristique des particules de poudre de datte obtenu.....	48
Tableau 18 : Les paramètres d'ATG et DSC de la PDS.....	49
Tableau 19 : Paramètres physicochimique du jus brut.....	49
Tableau 20 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par la gélatine à différentes concentrations.....	50
Tableau 21 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par les tanins à différentes concentrations.....	53
Tableau 22 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le mélange tanin-gélatine à différentes concentrations.....	55
Tableau 23 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le kieselguhr à différentes concentrations.....	56

Tableau 24 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par la bentonite à différentes concentrations.....	57
Tableau 25 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le mélange bentonite - kieselguhr à différentes concentrations.....	58
Tableau 26 : Caractéristiques physico-chimiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte.....	59
Tableau 27 : Résultats du brunissement non enzymatique du sirop et de la gelée de datte.....	59
Tableau 28 : Résultats de l'indice de formol du sirop et de la gelée de datte.....	60
Tableau 29 : Valeur de l'HMF du sirop, gelée A et B.....	60
Tableau 30 : Les caractéristiques du modèle d'Ostwald.....	64
Tableau 31 : Classement des différents sirops selon la somme des rangs.....	65
Tableau 32 : Résultats de test de Friedman.....	65

Liste des figures

Figure 1 : datte et noyau du palmier dattier.....	3
Figure 2 : Principales utilisations de la datte en industrie alimentaire.....	12
Figure 3 : Diagramme de fabrication des jus brut de datte sèche.....	13
Figure 4 : Structure de la bentonite.....	18
Figure 5 : Mécanisme de formation de trouble.....	20
Figure 6 : Hypothèse du collage protéique.....	21
Figure 7 : Hypothèse d'interaction entre les protéines et les polyphénols.....	22
Figure 8 : Gélification par formation de liaisons hydrogène sous l'action conjuguée du sucre et de l'acidité du citron : cas des pectines HM.....	24
Figure 9 : Gélification par formation de liaisons ioniques sous l'action des ions calcium Ca^{2+} : cas des pectines FM.....	25
Figure 10 : Diagramme général de la fabrication de la gelée.....	26
Figure 11 : Datte <i>Mech-Degla</i> entière et coupée en deux.....	27
Figure 12 : schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la démarche expérimentale.....	28
Figure 13 : Diagramme de fabrication du jus brut.....	35
Figure 14 : Diagramme générale de la clarification de jus de datte brut par traitement chimique.....	37
Figure 15 : Diagramme de fabrication du sirop et gelée de datte.....	39
Figure 16 : Diffractogramme expérimental DRX de la poudre de la PDS.....	46
Figure 17 : Distribution des particules en fonction de diamètre.....	48
Figure 18 : Thermogramme de L'ATG et la DSC de la PDS.....	48
Figure 19 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration de la gélatine.....	51
Figure 20 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration des tanins.....	52
Figure 21 : Variation de la turbidité en fonction des doses de mélange (tanin-gélatine).....	54
Figure 22 : Variation de la turbidité en fonction des concentrations de la bentonite, le kieselguhr et le mélange bentonite – kieselguhr.....	56
Figure 23 : Courbe de viscosité (a) et d'écoulement (Rhéogramme) (b) des gelées A, B et témoin à 50°C.....	61
Figure 24 : Rhéogrammes des gelées A (a), B (b) et témoin (c), selon le modèle de Casson.....	62
Figure 25 : Rhéogramme des gelées A (a), B (b) et témoin (c), selon le modèle d'Ostwald.....	63

Abréviations

ATG: Analyse Thermogravimétrique

B: Bentonite

DSC: Differential scanning calorimetry

DRX: Diffraction des rayons X

PDS : Poudre de la datte sèche

I'OCCC: L'international Office of Cacao, Chocolate and Sugar Confectionery

G: Gélatine

T: Tanin

K : kieselguhr

PF : Poids frais

Introduction

Introduction

L'alimentation est un domaine prioritaire et déterminant pour la vie des peuples. Les jus de fruits dont la composition est identique à celle de ces derniers, ce sont des aliments à boire, ils partagent ainsi avec le lait et la soupe le privilège d'être des aliments liquides.

Ils occupent une place importante dans l'alimentation humaine qui se justifie par leur valeur nutritionnelle caractérisée par un fort apport en sucres, en vitamines, et les minéraux.

La nature nous offre plusieurs matières premières, ayant des valeurs nutritives réelles. Les dattes sèches « *Mech-Degla* » en sont l'exemple compte-tenu puisqu'ils sont riches en éléments nobles pouvant être valorisés. Les dattes présentent, en effet, des teneurs importantes en sucres, en éléments minéraux et en vitamines. Très peu de protéines et des lipides.

Ces dattes sont mal exploitées à l'échelle industrielle, mais elles sont utilisées pour des recettes traditionnelles tel que : Ghars, les dattes sèches déclassées sont destinées à l'alimentation du bétail. La littérature ne fait mention que de quelques travaux visant la formulation de nouveaux produits alimentaires comme, par exemple, la production de confitures de datte ou encore certaines transformations biochimiques telles que la production de biomasse à partir des dattes impropres à la consommation humaine (Al Obaidi, 1982) et la fermentation de pulpe de dattes en vue de la production de divers métabolites : acide citrique, vinaigre et éthanol (Abou Zied, 1983).

Pour cela, nous sommes proposés d'étudier la valorisation des dattes sèches (*Mech-degla*) en transformant ces dernières en sirop et en gelée alimentaire sans addition de sucre (saccharose).

Plusieurs étapes ont été mises en point pour fabriquer ces produits :

Extraction, clarification, concentrations, cuisson, pasteurisation

Ce document est divisé en deux parties :

- Une partie bibliographique : Synthèse des travaux sur l'utilisation des dattes sèches, la clarification et la gélification.
- Et une partie expérimentale : comportant les étapes suivantes :
 - Préparation de la poudre de datte sèche (PDS)
 - Détermination de quelques caractéristiques physicochimiques de la PDS.
 - Extraction du jus brut de la datte.

- Essai de clarification du jus brut de datte.
- Fabrication du sirop et de la gelée de datte.
- Analyses sensorielles pour le sirop de datte.

Et les résultats des différentes expérimentations réalisées sont présentés.

Interprétations des résultats obtenues, et conclusion.

Partie 1

Partie bibliographique

Partie 1 : Partie bibliographique

Chapitre 1 : Dattes sèches

I.1. Généralités sur la datte

La datte, fruit du palmier dattier est une baie, généralement de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair.

La partie comestible de la datte, dite chair ou pulpe, est constituée de :

- Un péricarpe ou enveloppe cellulosique fine dénommée peau.
- Un mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucre et de couleur soutenue.
- Un endocarpe de teinte plus clair 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. Leur couleur va du blanc jaunâtre au noir en passant par les couleurs ambrées, rouges, brunes plus au moins foncées (**Djerbi, 1994**), voir (figure 1).

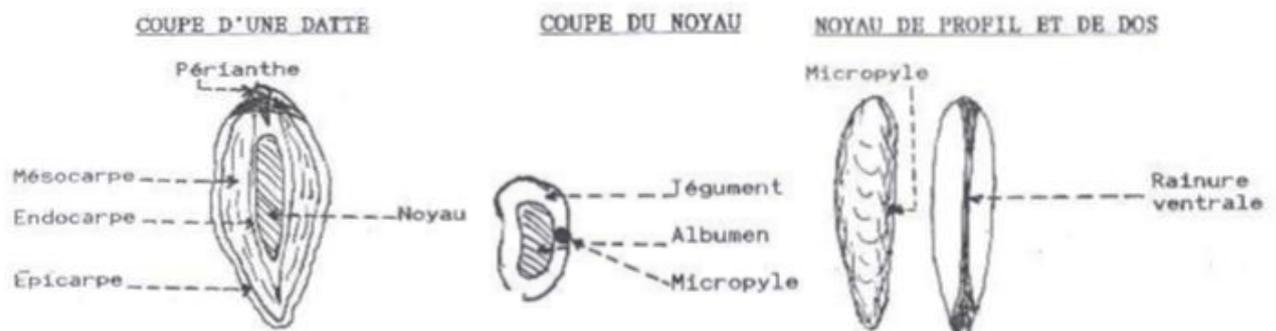


Figure 1 : datte et noyau du palmier dattier (**Buelguedj, 2001**).

I.2. production de datte en Algérie

La production réalisée dans la campagne agricole (2000 /2001) est de 4,18 millions de quintaux (tableau 1) (**Anonyme, 2002**).

Tableau 1 : Production des dattes en Algérie de la campagne agricole (2000 /2001), en quintaux (**Anonyme, 2002**).

Wilayas	Deglet-Nour	Ghars et analogues (Dattes)	Degla-Beida et analogues (Dattes séches)	Total
Adrar	0	0	572000	572000
Laghouat	350	1990	2070	4410
Batna	210	1430	4870	6510
Biskra	769620	134760	292280	1196660
Bechar	0	0	94890	94890
Tamanrasset	0	0	47930	47930
Tbessa	4620	4000	1740	10360
Djelfa	250	100	50	400
M'sila	0	0	2500	708610
Ouargla	434110	207760	66740	708610
El-bayadh	0	8750	0	8750
Illizi	90	620	8000	8710
Tindouf	0	500	0	500
El-oued	895450	234920	105820	1236190
Khenchela	1610	4880	1480	7970
Naama	0	1690	190	1880
Ghardaia	106000	38600	131400	278000
Total	2212310	640000	1331960	4184270

D'après le (tableau 1), près de 58.14% de la production nationale de dattes est réalisée par les deux willayas, EL-Oued (29.54 %) et Biskra (28.6%).

I.3. Les variétés des dattes

Les variétés des dattes sont très nombreuses, le palmier dattier étant un arbre dioïque : il suffit qu'un noyau provenant d'une datte tombe sur le sol peu pousser pour donner une nouvelle variété, le plus souvent différente du pied mère. C'est ainsi qu'au cours des

siècles, plusieurs milliers de variétés se sont propagés. D'après (**Espiard, 2002**), la consistance de la datte est variable, selon cette caractéristique, les dattes sont réparties en trois catégories :

I.3.1. Dattes molles : Ahmar (Mauritanie), Kashram et miskani (Egypte, Arabie-Saoudite).

I.3.2. Dattes demi molles : Deglet-Nour (Tunisie, Algérie), Mehjoul (Mauritanie), Sifri et Zahidi (Arabie _Saoudite).

I.3.3. Dattes sèches de consistance dure : Degla-Beida et Mech-Degla (Tunisie et Algérie), Amersi (Mauritanie).

I.4. Description du cultivar Mech-Degla

Les caractéristiques générales du cultivar Mech-Degla (Tableau 2) ont fait l'objet d'études lors des recensements des variétés des dattes algériennes établies par **Buelguedj (1996)** et **Hannachi (1998)**.

Tableau 2 : Description du cultivar Mech-Degla d'Algérie.

Description du cultivar Mech-Degla d'Algérie	
Synonymes	Kentichi
Distribution géographique	Abondant aux Aurès, au Ziban et à Oued Souf
Période de maturité	Septembre - Octobre
Période de récolte	Octobre-Novembre
Utilisation de la datte	Fraîche et stockées dans locaux appropriés
Appréciation	Datte excellente qualité
Digestibilité	Datte très digeste
Commercialisation	Importante

I.5. Composition de la datte

I.5.1. Composition biochimique de la partie comestible

Le tableau 3 récapitule la composition biochimique des dattes sèches.

Tableau 3 : Composition biochimique des dattes sèches

Composition	Teneur	Référence
Eau (%)	13,97	(Noui, 2007)
Sucre (gr /100gr) :		(Accourene, 1997)
Sucre totaux	86,77	(Estanove, 1990)
Saccharose	51,79	(Sibookeur, 1997)
Glucose	14,91	(Favier, 1993)
Fructose	14 ,70	
Acides aminés (mg/100gr) :		(Favier ,1993)
Isoleucine	64	(Al shahib, 2003)
Tryptophane	66	
Leucine	103	
Valine	88	
Lysine	72	
Arginine	68	
Métheonine	25	
Histidine	36	
Cystéine	51	
Phénylamine	70	
Thréonine	69	
Tyrosine	26	
Acide glutamique	258	
Glycocolle, Alanine	130	
Acide aspartique	174	
Proline	144	
Sérine	88	
Lipides(%)	0,43 à 1,9	(Djouab, 2007)
Eléments minéraux(%)	1,10 à 3,69	(Acourene, 2007)
Vitamines (mg) :		(Favier, 1993)
Vitamine C	2	
Thiamine B1	060	
Riboflavine B2	0,1	
Nianicine B3	1,70	
Acide pantothénique	0,8	
B5	0,15	
Vitamine B6	20	
Acide folique B9 (µg)	20	
Fibres (%)	8,1 à 12,7	(Al shahib, 2003)

La teneur en eau est en fonction des variétés, du stade de maturation et du climat. Elle varie entre 8 et 30% du poids de la chair fraîche avec une moyenne d'environ 19% (**Noui, 2007**).

Les sucres sont les constituants majeurs de la datte (Tableau 3). L'analyse des sucres de la datte a révélée essentiellement la présence de trois types : le saccharose, le glucose et le fructose (**Acourene, 1997 ; Estanove, 1990**). Ceci n'exclut pas la présence d'autres sucres en faible proportions tels que : le galactose, la xylose et le sorbitol (**Siboukeur, 1997 ; Favier, 1993**).

Les dattes sont caractérisées par une faible teneur en protéines. Elle varie entre 0,38 et 2,5% du poids sec. Malgré cette faible teneur, les protéines de la datte sont équilibrées qualitativement (**Yahiaoui, 1998**).

Selon (**AL-Shaib 2003**), les protéines de la datte contiennent la totalité des acides aminés dont certains ne sont pas présents dans certains fruits comme la banane, la pomme et l'orange.

La datte renferme une faible quantité de lipides. Leur taux varie entre 0,43 et 1,9% du poids frais (**Djouab, 2007**). Cette teneur est en fonction de la variété et du stade de maturation.

L'étude des variétés de dattes cultivées dans la région des Zibans faite par (**Acourene, 2001**), montre que le taux de cendres est compris entre 1,10 et 3,69% du poids sec. La datte est l'un des fruits les plus riches en éléments minéraux essentiellement le potassium, le magnésium, le phosphore et le calcium.

Les dattes sont riches en minéraux plastiques: Ca, Mg, P, S et minéraux catalytique : Fe, Mn (**Matallah, 1970**). Elles sont reminéralisantes et renforcent notablement le système immunitaire (**Albert, 1998**).

Le cuivre en tant que constituant de plusieurs enzymes contribue à la défense du corps contre les radicaux libres. Le cuivre est nécessaire à la formation de l'hémoglobine et du collagène (protéines servent à la structure et à la réparation des tissus) dans l'organisme.

En général, la datte ne constitue pas une source importante de vitamines. La fraction vitaminique de la datte se caractérise par des teneurs appréciables en vitamines du groupe B (Tableau 3). Ce sont des précurseurs immédiats des coenzymes indispensables à presque toutes les cellules vivantes (**Vilkas, 1992**).

La datte est riche en fibres, elle en apporte 8,1 à 12, 7% du poids sec (**Al-Shahib ,2003**). Selon (**Benchabane, 1996**), les constituants pariétaux de la datte sont : la cellulose, l'hémicellulose, la lignine.

Du fait de leur pouvoir hydrophile, les fibres facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des cancers colorectaux, des appendicites, de la diverticulose, des varices et des hémorroïdes, elles ont également un effet hypocholestérolémiant (**Jaccot, 2003 ; Albert, 1998**).

I.5.2.Composés phénoliques

La datte renferme des substrats dits composés phénoliques (**Yahiaoui, 1998 ; Barreveled, 1996**), le tableau 4 indique la teneur en composés phénoliques de quelques variétés de datte algérienne.

Tableau 4 : Teneur en composés phénoliques de quelques variétés de datte Algériennes (Mansouri, 2005).

Variétés	Teneur en mg/100gr PF
Tazizaout	2,49
Ougherouss	2,84
Akerbouche	3,55
Tazarzait	3,91
Tafiziouine	4,59
Deglet-Nour	6,73
Tantbouchte	8,36

L'analyse qualitative des composés phénoliques de la datte indique la présence des acides cinnamiques, des flavonones et des flavonols (**Mansouri ,2005**). L'oxydation enzymatique des polyphénols de la datte est à l'origine d'un brunissement plus au moins intense (**Noui, 2007**). Un certain degré de brunissement est en effet recherché lors de la maturation des dattes (**Cheftel, 1977**).

Selon (**Henk, 2003**), les polyphénols jouent un rôle important dans le corps : ils ont des effets anti inflammatoires, antioxydants, abaissent la tension artérielle et renforcent le système immunitaire.

Les polyphénols de la datte prennent une importance croissante précisément leur rôle d'antioxydant naturel qui suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention, des maladies **(Henk, 2003)**

I.6. Synthèse des travaux sur la valorisation des dattes sèche

Le tableau 5 résume les principales utilisations de la datte.

Tableau 5 : Principales utilisations des dattes.

Confiserie à base de datte		Mise en valeur des déchets	
Produits	Utilisation	Produits	Utilisation
Farine de datte à base de datte sèche	Biscuiterie Pâtisserie Aliments pour enfants. Yaourt (Benamara, 2004)	Biomasse et protéines d'organismes unicellulaires Substrat pour la culture des levures saccharomyces Cerevisiae.	-Objet essentiel à fin de subvenir les besoins mondiaux.
Pate de datte à base de datte molle	Biscuiterie, Pâtisserie, (Kendri, 1999)	Vin de datte à base de jus de datte.	
Production de sirop, miel, crèmes et confitures de dattes basée sur l'extraction des sucres par diffusion et d'autres substances de datte.	Biscuiterie Pâtisserie (Kendri, 1999)	Alcool à partir de vin de datte	-En pharmacologie
		Vinaigre à partir de fermentation d'acétification spontanée	

Les dattes molles ou ramollies par humidification ont été utilisées pour la production de la pate de datte, la fabrication est faite mécaniquement. Pour un produit trop humide, la correction est réalisée par l'incorporation de la pulpe de noix de coco ou la farine d'amande douce. La pâte de datte est utilisée en biscuiterie et en pâtisserie **(Espiard, 2002 ; Kendri, 1999)**.

La farine de datte obtenue par dessiccation a été utilisée en biscuiterie, pâtisserie, aliments pour enfants (**Ait Ameer, 2001 ; kendri, 1999**), et dans la formulation du yaourt (**Benamara, 2004**).

L'extrait de datte sèche obtenue par l'extraction des sucres et des composants solubles par diffusion a été utilisé pour la formulation d'un sirop, crème et de confiture à base de datte (**Espiard, 2002**). Les rebuts de dattes de faible teneur marchande ont été utilisés en raison de leur forte teneur en sucre pour la production :

Biomasse et protéines d'organismes unicellulaires : Des essais de productions de protéines d'organismes unicellulaires par culture de la levure *saccharomyces Cerevisiae* sur un milieu à base de datte ont été réalisée (**Kendri, 1999**). L'analyse des biomasses produites montre leurs richesses en protéines à raison de 32 à 40% de poids sec.

Alcool : Les dattes sèches constituent un substrat de choix pour la production de l'alcool éthylique (**Touzi, 1997**).

Vinaigre : Il a été produit par culture de l'Acétobacter de la levure *saccharomyces uvarum* sur un extrait de datte.

Noyaux de dattes :

La farine des noyaux de dattes : elle a été incorporée avec un taux de 10% dans l'alimentation des poulets sans influencer négativement leurs performances (**Gualtien, 1980**).

Dans une étude sur le processus d'immersion des dattes sèches de la variétés Mech-Degla dans des solutions model, la méthode des plans expériences a été appliqué pour la modélisation de certains facteurs de processus d'immersion à savoir le degré de brix, la salinité et le têt de gonflement, les résultats obtenus montrent que le phénomène d'hydratation de la datte a été observé dans tous les milieux. La solution tampon pH 3,5 et le sel CaCl_2 sont choisis comme des meilleurs milieux d'immersion en assurant une bonne conservation des dattes. Cependant l'eau distillée favorise la désintégration et la déformation de la datte (**Guenoune, 2010**).

Dans une autre étude qui porte sur la possibilité de formulation d'un dessert lactée à base de poudre de datte Mech-Degla, il a été trouvé que la crème dessert fabriqué à base de poudre de datte représente le meilleur score sur le plan texture du produit avec un bon

aspect comparé à la texture des autres desserts lactés. Les résultats des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles montrent la possibilité de produire un dessert de qualité nutritionnelle et organoleptique satisfaisante (**Abed, 2008**).

La poudre de datte a été présentée sous forme des pastilles. L'étude des paramètres rhéologiques des pastilles des dattes issues de la variété Mech-Degla, montre l'aptitude technologique de la poudre de datte. Les résultats obtenus montrent que la granulométrie et la force de pastillage ont un effet sur la solubilité et la dureté des pastilles. Ces pastilles peuvent être destinées à une consommation directe comme concentré d'énergie après un travail musculaire (**Boutrik, 2010**).

Dans une étude sur l'effet d'utilisation de la farine de datte sur la panification. La poudre de datte a été incorporée dans une recette de pain à différent taux (0,1 et 3%) dont l'objectif principale est le développement d'une gamme de pain de haute valeur nutritionnelle. Les résultats obtenus ont révélé que la dose et la granulométrie de la farine ont une influence sur le processus de la panification (**Tifourat, 2016**).

La Figure 2 récapitule les principales utilisations de la datte en industrie alimentaire. La technologie de la datte recouvre toutes les opérations qui, de la récolte à la consommation, ont pour objet de préserver toutes les qualités des fruits et de transformer ceux qui ne sont pas consommés, ou consommables en l'état, en divers produits, bruts ou finis, destinés à la consommation humaine ou animale et à l'industrie de transformation (**Estanove, 1990**).

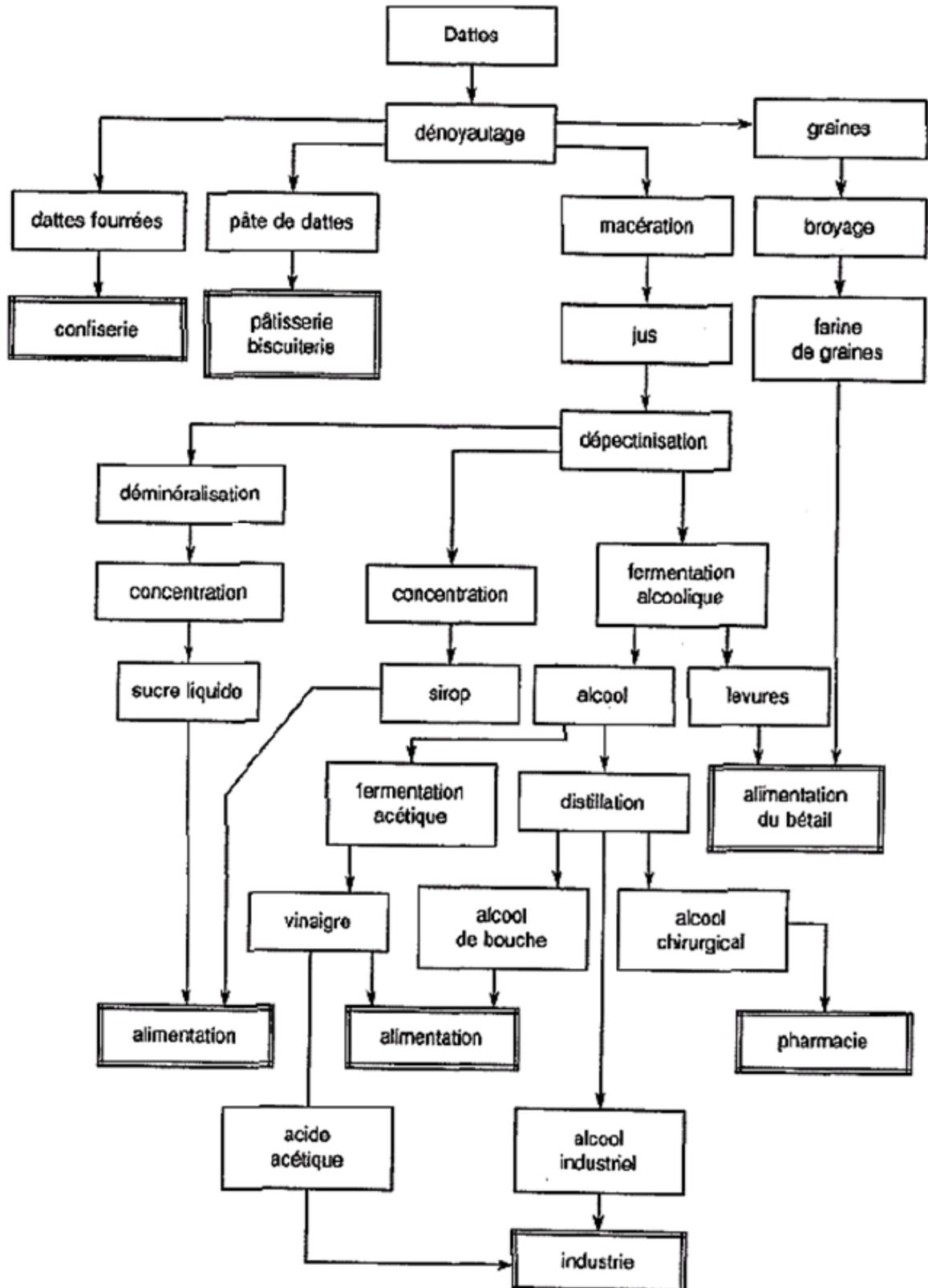


Figure 2 : Principales utilisations de la dattes en industrie alimentaire (Estanove, 1990).

I.7.Préparation des jus brut des dattes sèche

La Figure 3 récapitule les principales étapes de préparation des jus brut de datte sèche.

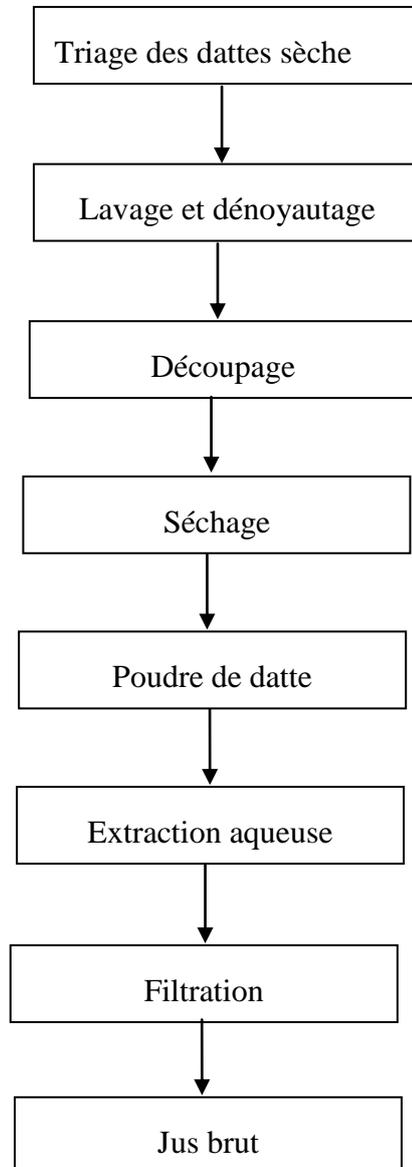


Figure 3 : Diagramme de fabrication des jus brut de datte sèche (Al-Farsi ,2007).

Chapitre 2 : Clarification des jus

II.1. Introduction

La consommation et la production des jus de dattes ont connu une croissance continue. Dans le but d'améliorer leur stabilité colloïdale, plusieurs techniques sont utilisées pour éliminer les matières en suspension et les matières colloïdales contenues dans le jus opalescent.

La production d'un jus de dattes clair nécessite l'élimination des matières en suspensions et la prévention du développement de la sédimentation après l'embouteillage. Cela implique souvent l'ajout des clarifiants et une étape de filtration (**Lea, 1995**).

II.2. Procédés de clarification

La clarification des jus des dattes est liée à la déstabilisation du système colloïdal, laquelle doit être effectuée jusqu'à un certain degré seulement, pour assurer une précipitation rapide des particules en suspensions, une bonne filtration et une stabilité suffisante du système colloïdal pendant la conservation des jus filtrés.

La clarification et la stabilisation des boissons nécessitent l'emploi d'additifs et d'auxiliaires permettant l'obtention d'un état de limpidité recherché sans altération ni modification des caractéristiques organoleptiques du produit traité Elle consiste à incorporer dans les jus de dattes plus au moins trouble, une substance capable de flocculer et de sédimenter les particules en suspension (**Multon, 1980**).

II.2.1. Agents clarifiants

Les agents clarifiants ont pour tâche de clarifier le jus et de retirer les substances qui peuvent entraîner la sédimentation après l'embouteillage. Les clarifiants peuvent être d'origine ; organiques (Gélatine, Tanin, Ovalbumine, Caséine ...) ou minérales principalement (Bentonite, kieselguhr.....).

II.2.1.1. Gélatine

La gélatine appelée aussi « ostéocolle » est un clarifiant organique très largement utilisé en œnologie pour son pouvoir clarifiant, mais pour flocculer, elle exige la présence de tanin.

Le tableau 6 indique la composition de la gélatine.

Tableau 6 : Composition de la gélatine commerciale.

Composition	Teneur en %
Glycine	22
Proline	14
Hydroxy proline	12
Cendres	<3
Chromes	<2 mg/Kg
Fer	<120 mg/kg
Cuivre	<35 mg/Kg
Azote total	≥14 % du poids sec
SO ₂	<0,5 g/Kg sur matières

Mécanisme d'action de la gélatine

La gélatine est un agent clarifiant traditionnellement utilisés dans le jus de datte. C'est une protéine obtenue par hydrolyse partielle du collagène contenu dans la peau des animaux. Les tanins ont la propriété de s'associer et se lier aux protéines. L'association avec les protéines ont été attribuées à des liaisons d'hydrogène entre les groupes hydroxylés tanins et les groupes carbonyle des protéines (**Siebert, 1993**). Ce qui n'exclut pas pour autant la contribution des charges électrostatiques de la protéine. Cette propriété est à la base de l'utilisation de la gélatine pour éliminer les tanins du jus. Des études ont montré que la gélatine est efficace pour réduire les tanins de poids moléculaire intermédiaire (entre 0.5et 3kDa) (**Ringland et Eschenbruch, 1983**).

On distingue deux types de gélatine selon le procédé de fabrication. Le procédé acide de l'hydrolyse du collagène permet d'obtenir la gélatine de type A dont le point iso électrique(PI) est à un pHi entre 7 et 9. La gélatine de type B s'obtient à partir du procédé alcalin de l'hydrolyse collagène, elle a un pHi d'environ 5 (**Bannach, 1984**). Les deux types de gélatine sont disponibles dans un grand intervalle de poids moléculaire (PM) (15-250 kDa) selon la digestion chimique du collagène (**Van Buren, 1989**). La gélatine de type A est la plus utilisée dans les jus de fruit. Comme elle a une charge positive plus prédominante que celle du type B elle réagit plus rapidement avec les tanins chargés négativement présents dans les jus acides $\text{pH} \leq 4$ (**Haubrich, 1992**).

La gélatine est classée en fonction de la résistance du gel à la pénétration ou degré Bloom. La gélatine de degré Bloom élevé est principalement constituée de protéines de poids moléculaire élevé alors que la gélatine de faible degré Bloom est formée de protéines de faible poids moléculaire. Pour le traitement des boissons, il est recommandé d'utiliser une gélatine ayant un degré Bloom moyen de 80 à 100 pour assurer une bonne clarification. En effet, ces gélatines ont les avantages suivants :

- Un pouvoir flocculant élevé, une plus grande adsorption des polyphénols, une meilleure solubilité et causent beaucoup moins de dépôts après clarification (**Haubrich, 1992, Stocké, 1998**).
- En plus des tanins, la gélatine ainsi que les complexes tanin-gélatine peuvent fixer les colloïdes chargés négativement et les autres substrats du jus au cours de la floculation. On obtient ainsi un jus plus clair après le traitement (**Bannach, 1984**).
- Les quantités de gélatine utilisées varient de 50 à 500 g/hl. Néanmoins il est difficile d'établir une quantité fixe de gélatine pour tous les types de jus car l'excès peut demeurer en solution et causer une précipitation ultérieure, notamment après l'étape de pasteurisation (**Léa, 1995**).

II.2.1.2. Tanins

On englobe sous le nom tanin, les substances amorphes, extraites de plantes, utilisées principalement pour le tannage du cuir ainsi qu'à la clarification des boissons. Ils diffèrent souvent les uns des autres par leur constitution, mais possèdent un ensemble de caractères dont les plus importants à connaître sont : leur saveur astringente, c'est-à-dire une sensation de dessèchement, leurs propriétés de se fixer sur les protéines en les insolubilisant et celle de donner avec les sels de fer une coloration bleu noir.

Les tanins utilisés comme clarifiants dans l'industrie des boissons sont généralement extraits de la noix de galle, qui est d'abord réduite en poudre, puis on extrait les tanins qu'elle contient au moyen de différents solvants : eau, alcool, éther. Du point de vue chimique, les tanins se partagent en deux groupes :

- **Tanins hydrolysables « pyrogalliques »**

Ce sont des hétérosides constitués d'une molécule glucidique sur laquelle sont fixées différents composés phénoliques comme l'acide gallique, acide di gallique ou acide tannique et l'acide éllagique. (**Multon, 1980**). Les tanins hydrolysables sont caractérisés par le fait qu'ils peuvent être dégradés par hydrolyse chimique (alcalin ou acide) ou

enzymatique, ils libèrent alors une partie phénolique qui peut être soit de l'acide gallique soit un dimère de ce même acide, l'acide éllagique et une partie non phénolique. Une forme simple de ce type de tanins est le penta galloglucose, molécule très réactive qui est à l'origine de la plupart des formes complexes. Les tanins hydrolysables sont abondants dans le bois de nombreux arbres et arbustes qui peuvent être une source industrielle (**Pascal, 2006**).

- **Tanins condensés « pyrocathéchiqes »**

Ils se trouvent sous forme d'oligomères (3 ou 6 unités) ou de polymères (10 à 12 unités) hydrosolubles. Les polymères à plus de 12 unités glucidique sont insolubles. Ils se forment aussi au cours des traitements technologiques : torréfaction du café, fermentation des feuilles de thé et le traitement du cacao.

Les oligomères des flavonoïdes sont contenues principalement dans les téguments de certains fruits, surtout non murs. Ils se polymérisent au cours de la maturation, ce qui diminue leur astringence due à leur faculté de se lier aux glycoprotéines salivaires (**Elisabeth, 1998**).

La composition des tanins gallique varie suivant le liquide à traiter. Le tableau 7 présente un exemple de la composition des gallotanins.

Tableau 7 : Composition des gallotanins.

Composition	Teneur
acide tannique	95.00-95.50%
Humidité	07.00%
Cendres	0.05-0.10%
Ph	03.00-04.00
Densité apparente	0.20-0.35g/Cm ³
Métaux lourds	<100ppm
Poids moléculaire	900-1800

II.2.1.3. Bentonite

Les bentonites sont des substances minérales de la famille des argiles, des silicates d'alumine hydratées composées principalement de feuillets montmorillonites ($Al_2 \cdot SiO_3 \cdot 4 X \cdot H_2O$) chaque feuillet est formé de trois couches (une couche octaédrique d'aluminium entre deux couches tétraédriques siliciques).

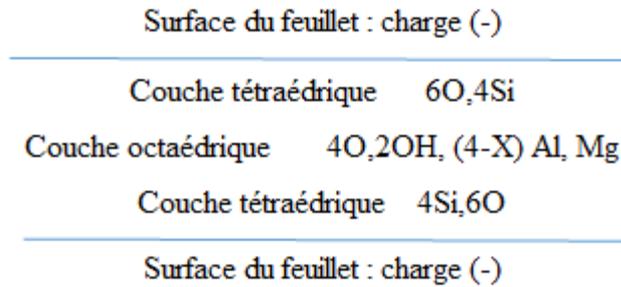


Figure 4 : Structure de la bentonite.

Les bentonites portent des charges électriques négatives, dont l'origine est essentiellement liée à des phénomènes de substitution d'ions dans le réseau argileux. La substitution d'un ion par un autre se produit lors de la cristallisation ou de la formation de minéraux. Les principales substitutions rencontrées dans le cas des montmorillonites sont celle de l'alumine (Al⁺⁺⁺) par du fer(Fe⁺⁺) ou du magnésium(Mg⁺⁺) (Multon, 1980).

La composition chimique des diverses bentonites proposées pour le traitement des jus peut varier entre des limites étendues ; elle ne reflète aucunement, leurs qualités œnologiques. Le tableau 8 indique la composition de la bentonite utilisée pour le traitement des jus.

Tableau 8 : Composition de la bentonite proposé pour le traitement des jus.

Compositions	Teneur en %
Eau	0.80- 2.5
Silice	48.0-60.0
Alumine	18.0 - 25.0
Fer	0.20 - 01.40
Chaux	01.00 – 03.70
Magnésium	02.10 – 06.60
K ₂ O , Na ₂ O	0.50 -01.50

Les bentonites sont rarement utilisées brutes. Elles subissent des traitements d'activation à l'acide sulfurique ou avec des sels alcalins notamment, parfois à chaud. Les montmorillonites possèdent en effet une bonne capacité d'échanges d'ions et il est possible de les charger par différents ions : H⁺, Na⁺, Ca⁺⁺.....etc. (Ribereau, 1977).

Dans le domaine du traitement des boissons, des bentonites spécialement choisies et elles sont améliorées pour qu'elles puissent être utilisées dans la clarification des jus de fruits.

Le principal mécanisme est l'adsorption en surface qui enlève les protéines, les métaux lourds et les pesticides (**Dik, 1994 ; Stocké, 1998**). On peut distinguer deux groupes de bentonites ; les bentonites de sodium avec une capacité de gonflement élevée et les bentonites de calcium avec une faible capacité de gonflement. Dans chaque groupe il y a des dégradations supplémentaires influencées par la composition minéralogique de la bentonite et le liquide utilisé pour le pré-gonflement. En théorie, toutes les bentonites peuvent être utilisées sans pré-gonflement. Par contre pour exploiter leur plein potentiel il faut les pré-tremper dans l'eau. Une capacité de gonflement plus élevée correspond à une meilleure efficacité dans le jus (**Stocké, 1998**).

Les bentonites sont utilisées pour clarifier les boissons, la bentonite gonflée réagit avec les protéines chargées positivement, et les cations. Les protéines sont adsorbées préférentiellement. Les doses de bentonites varient considérablement suivant le liquide à traiter et se situe entre 20 et 200g/hl.

La bentonite est inerte du point de vue chimique et d'une complète innocuité pour l'organisme, même si elle est ingérée en quantités importantes. Elle a été employée comme médicament interne ; sous forme de gel visqueux, elle a servi comme expient.

II.2.1.4. Terre diatomée ou Kieselguhr

Le kieselguhr est une roche sédimentaire, constituée de frustules ou carapaces d'algues brunes unicellulaires, elle a une porosité de 84 à 90% et une masse volumique apparente de 320 à 480 Kg/m³ (**Tech-Ing ,2001**).

Sur le plan chimique, le kieselguhr est composé majoritairement de silice SiO₂ et d'alumine AL₂O₃ comme l'indique le Tableau 9.

Tableau 9 : Composition du Kieselguhr.

Composition	SiO ₂	AL ₂ O ₃	F ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cao	MgO
Teneur en (%)	> 80	1-5	1-3	1-3	1-3	0,5-2	0,30-5

Les mécanismes de formation du trouble sont divers, et ces réactions sont largement méconnues. Il a été prouvé que les substances protéiques et les substances phénoliques sont celles qui ont le plus tendance à se combiner entre elles pour former des complexes insolubles. Initialement, ces molécules se lient par des liaisons hydrogènes réversibles (trouble à froid) qui se transforment, après oxydation, en liaisons covalents stables (troubles permanent). Les substances protéiques se combinent, également, avec des

polysaccharides et minérales jouent un rôle important dans les troubles riches en protéines.

Les complexes formés sont retenues par le kieselguhr.

Les réactions correspondantes sont présentées ci- dessous.

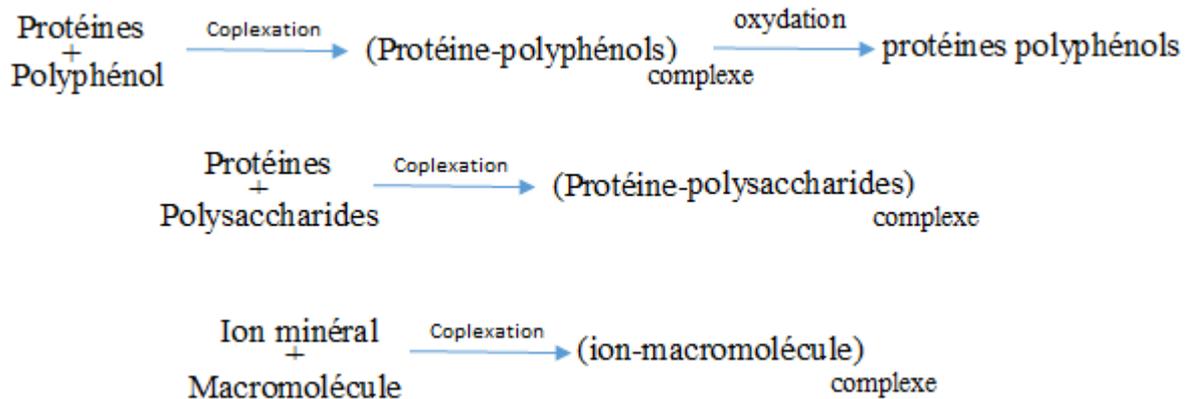


Figure 5 : Mécanisme de formation de trouble.

II.2.2. Mécanisme de clarification par Collage

La pratique du collage, longtemps restée empirique est toujours considérée de nos jours comme délicate, car ses mécanismes et leurs conséquences sont mal définies à cause de la complexité des phénomènes et des difficultés concernant l'analyse des principaux composés impliqués (colloïdes, tanins, protéines...) voici quelques théories qui expliquent ces mécanismes.

- Selon **RUDIGER (1928)** et **MAYER (1929)**, ce mécanisme comporte des floculations mutuelles entre les protéines non encore floculés (chargés positivement), et les particules en suspension ou en solution colloïdale (la plupart chargés négativement). Rappelons que les protéines sont constituées de nombreux acides aminés, liés entre eux par des liaisons peptidiques (-CO-NH), liaisons entre une fonction acide et une fonction amine avec l'élimination d'une molécule d'eau. Il subsiste une petite fraction acide des molécules de protéines (-COOH, dissociable en -COO^- et H^+) et une petite fraction des fonctions amines (-NH₃ OH, dissociable en -NH_3^+ OH). La proportion des fonctions acides et amines dissociée dépend de la concentration des ions H^+ de la solution. Par exemple, une concentration élevée en H^+ bloque la dissociation des -COOH, libère au contraire la dissociation des -NH₃ OH et par conséquent, elle communique à la particule une charge positive.

- Les travaux de **RIBEREAU (1977)** montrent que le mécanisme du collage est plus complexe. Ce processus peut être divisé en deux étapes : la floculation et la clarification. Les tanins transforment la gélatine, colloïde hydrophile positif, en un nouveau colloïde hydrophobe négatif. Le complexe, ainsi formé, demeure stable en solution limpide et précipite en présence des cations métalliques (fig. 6). La formation de ce complexe correspond à la floculation, association de particules entre elle et formation de flocons qui grossissent et s'assemblent. Cette floculation est suivie d'une précipitation en fonction de deux paramètres : neutralisation électriques des substances et déshydratation.

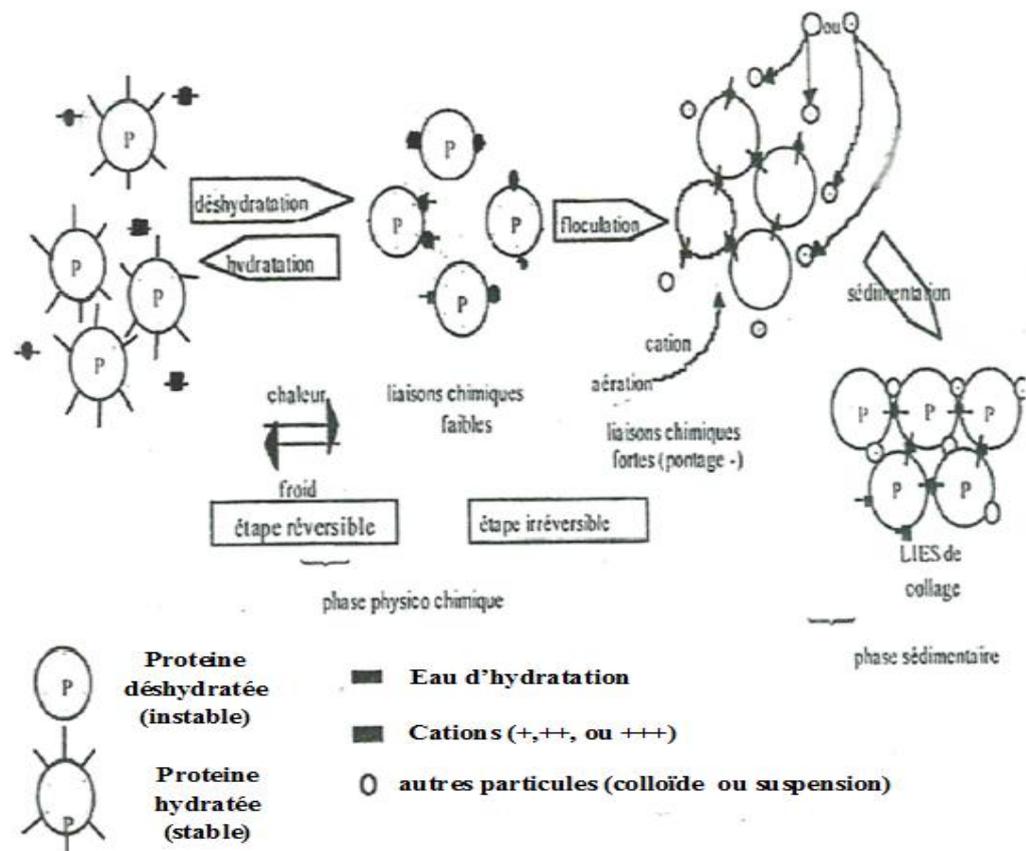


Figure 6 : Hypothèse du collage protéique (Ribereau, 1977).

- **SALGUES (1983)** propose une hypothèse pour schématiser le collage protéique reprenant les grandes lignes de la théorie précédente. Cette opération est fonction de différentes réactions entre les colloïdes de la datte et le clarifiant (attraction, répulsion, hydratation et déshydratation des particules). Parallèlement, de nombreux travaux ont été réalisés sur les interactions tanins protéines (Fig. 7). Ils ont montré que les tanins s'associent principalement avec les protéines par des liaisons hydrogènes et hydrophobes. Les liaisons hydrogènes se forment entre les groupements phénoliques

(donneurs d'électrons) et les fonctions carbonyles des liaisons peptidiques (accepteurs d'électrons) (Chabane, 2007).

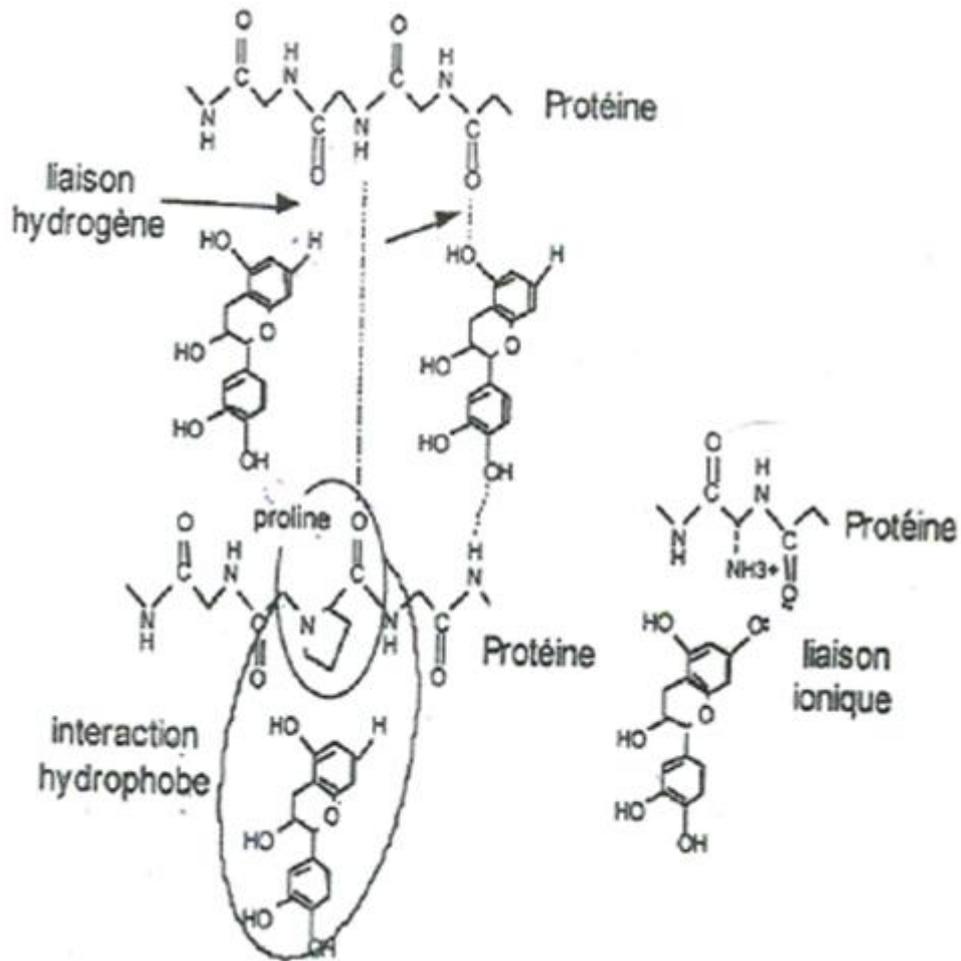


Figure 7 : Hypothèse d'interaction entre les protéines et les polyphénols (Chabane.2007).

Chapitre 3 : Gélification

III.1. Gélification des pectines

Selon **Boudhrioua (2004)**, la gélification s'obtient par la formation d'un réseau tridimensionnel de chaînes de macromolécules en solutions. Elle doit être parfaitement maîtrisée pour obtenir un produit loyal et marchand. (**Bouzonville et Prin ,2004**).

Les gels de pectines sont des gels physiques formés par un assemblage local entre les chaînes macromoléculaires au niveau des zones de rattachements. La nature de la zone de rattachement dépend de la structure chimique et de la longueur de la pectine qui doit être minimale (**Donato, 2004**).

La propriété des pectines la plus importante du point de vue de la technologie alimentaire est leur aptitude à former des gels. En ce qui concerne la pectine elle-même, les caractères du gel dépendent essentiellement de deux facteurs : la longueur de la molécule pectique et son degré de méthylation.

La longueur de la molécule détermine, la rigidité ou fermeté du gel final. En dessous d'une certaine longueur moléculaire la pectine ne donne pas de gel, quelles que soient la dose employée et les conditions du milieu.

Quant au degré de méthylation, d'une part il contribue à régler la vitesse de gélification, d'autre part et sur tout par son influence sur les liaisons entre molécules pectiques, il est responsable de certaines propriétés organoleptiques des gels pectine-sucre-acide qui forment les pectines à haute teneur en méthoxyle, (**Cheftel, 1997**).

III.2. Mécanisme de la gélification

Le mécanisme de formation du gel dépend des conditions du milieu : le degré d'acidité (pH), la teneur en sucre (saccharose), la concentration de la pectine et son degré de méthylation.

Cas des pectines hautement méthoxylées HM

La gélification nécessite la formation de liaisons hydrogène entre les chaînes de pectines. Elles seront apportées par des molécules de saccharose (de 55 à 67 % de saccharose) : celles-ci, en absorbant l'eau, favorisent les interactions entre les chaînes. En outre, elles

sont plus aptes à former des liaisons hydrogène dans un milieu acide, de pH compris entre 2,5 et 3,5 (Fig8) : d'où l'ajout classique de jus de citron dans la gelée pour la faire prendre.

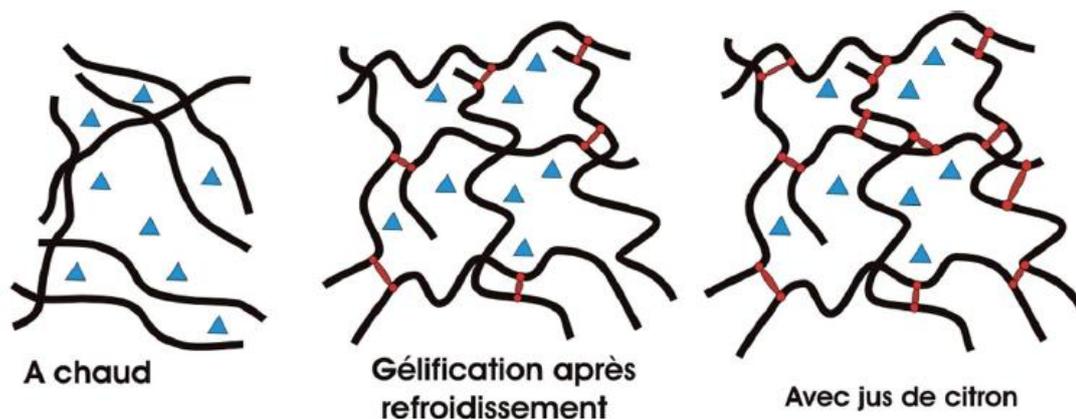


Figure 8 : Gélification par formation de liaisons hydrogène sous l'action conjuguée du sucre et de l'acidité du citron : cas des pectines HM.

La concentration finale en pectine HM doit être comprise entre 0,2 et 1 % : plus elle est élevée, plus le pH nécessaire à l'obtention du gel sera élevé (milieu moins acide) et moins il faudra de saccharose. Si cette concentration en pectines est moins élevée (cas des fruits pauvres et même moyennement riches en pectines), il faudra en ajouter (ou faire un mélange avec des fruits plus riches en pectines). Pour remédier à ce problème, on utilise souvent du « sucre à gelée » qui n'est autre que du sucre auquel on a ajouté des pectines. Ces pectines peuvent provenir du marc de pomme, du marc de betterave, de la pelure de citron ou d'orange, des graines de caroube, d'extraits d'algues rouges, etc.

Cas des pectines faiblement méthoxylées FM

Dans ce cas, les fonctions acide $-\text{COOH}$ sont prépondérantes. Elles sont facilement dissociées en COO^- et H^+ , et, de ce fait, elles possèdent ainsi un nombre important de charges négatives localisées, ce qui rend leur association beaucoup plus difficile.

On favorise leur rapprochement en ajoutant des cations divalents comme le calcium Ca^{2+} : ces ions forment des ponts entre les charges négatives localisées dans les molécules (Fig9). La teneur en calcium doit être comprise entre 0,1 et 0,2 %.

Contrairement aux pectines HM, l'ajout de sucre n'est pas forcément nécessaire pour la gélification, car la quantité de sucre présente dans les fruits est suffisante pour absorber l'eau et favoriser le rapprochement entre les chaînes de pectines.

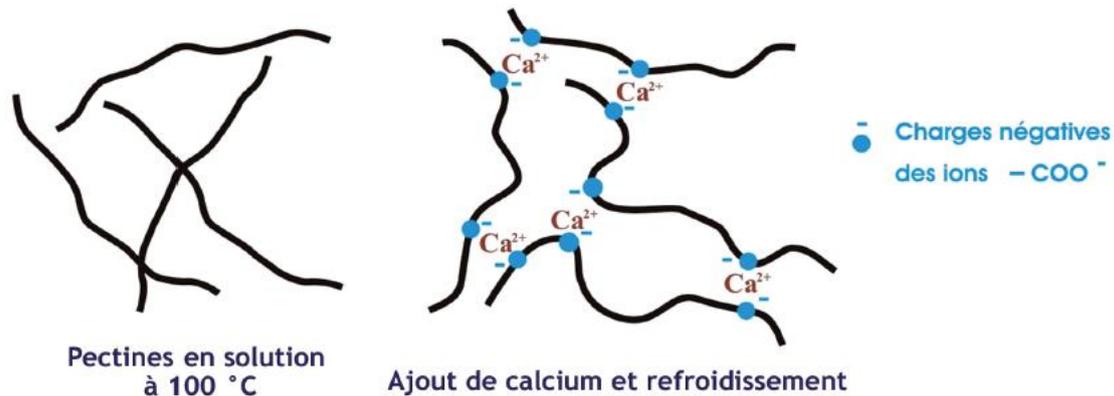


Figure 9 : Gélification par formation de liaisons ioniques sous l'action des ions calcium Ca^{2+} : cas des pectines FM.

La concentration finale en pectine doit être également comprise entre 0,2 et 1 % : il faut donc ajouter des pectines (ou mélanger avec des fruits plus riches en pectines) dans le cas où les fruits n'en contiennent pas suffisamment (cas des fruits pauvres et même moyennement riches en pectines).

III.3. La gelée alimentaire

C'est un mélange suffisamment gélifié, de sucre et de jus ou extrait aqueux d'une ou plusieurs espèces de fruits (**Bouzonville et Prin ,2004**).

III.3.1. Procédé de production de la gelée

Le processus de la production de la gelée alimentaire est présenté dans la figure 10.

1^{ère} étape :Prétraitements :elle comporte le triage qui permet de sélectionner les fruits en fonction de leur maturité ou les fruits non mures sont valorisés par ce type de transformation grâce à leur richesse en acides et en matières pectiques (**Miche ,1990**) et le lavage qui est nécessaire pour éliminer les impuretés et les microorganismes superficiels (**Rokotavao,1999**) et à la fin préparation des fruits qui comporte l'épluchage et l'épépinage ou dénoyautage et de précuisons éventuelles des fruits, à savoir le fruit qu'on veut transformer (**Miche,1990**) dans le but d'éliminer les parties non comestibles (parties abimés, pépins.....) (**Rakotovao, 1990**).

2^{ème} étape :L'extraction et la clarification du jus.

3^{ème} étape : Cuisson –Concentration : cette étape permet de diminuer la teneur en eau et dissoudre la pectine des fruits et pasteuriser le mélange pour assurer une bonne conservation des produits finis, il faut que leur teneur total en sucres atteigne après cuisson 65% à 75% (Miche ,1990). Pour la formation du gel, la pectine est ajoutée en fin de cuisson car une température élevée pendant un temps trop long dénature la pectine qui perd alors son pouvoir gélifiants (Miche ,1990 ; Donato, 2004).

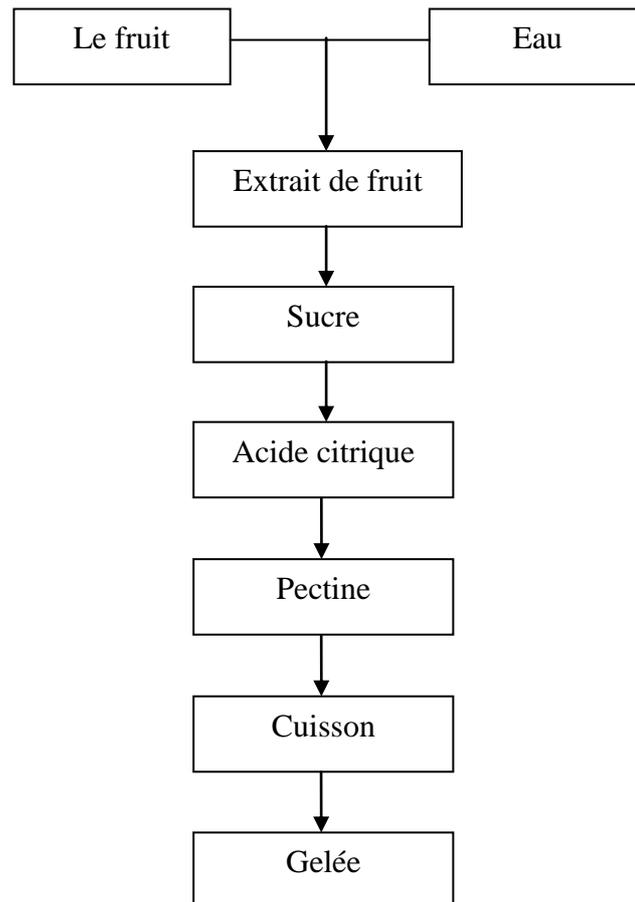


Figure 10 : Diagramme général de la fabrication de la gelée (Miche, 1990).

Le temps de cuisson doit être 10 minutes environ, au-delà de ce temps il y aura une dégradation excessive des pectines c.-à-d. une mauvaise gélification donc une perte d'arôme, du brunissement et perte d'énergie (Rakotovao, 1990).

4^{ème} étape : Post-traitements : qui englobe le conditionnement et le refroidissement de la gelée. Le refroidissement est réalisé immédiatement après conditionnement afin d'éviter la dégradation de la pectine ou l'altération de la couleur par réaction de Maillard (brunissement, gout de cuit). Aussi Il faut éviter l'agitation des pots avant la gélification totale pour éviter la formation d'un gel granuleux (Miche, 1990).

Partie 2

Partie pratique

Partie 2 : Partie pratique

Chapitre 4 : Matériel et méthodes

IV.1. Problématique

La turbidité d'un jus de fruit dépend généralement de la teneur en pulpe dans le produit. Elle est en fonction de la composition et la nature des polysaccharides (pectine, cellulose, hémicellulose), des protéines, des métaux, des tanins et des microorganismes qui y sont présents. Les matières colloïdales contenues dans le jus ont tendance à flocculer lentement et progressivement ce qui contribuera, par conséquent à la séparation en deux phases des jus de fruits après conditionnement d'où la qualité sensorielle des produits sera moindre. C'est pour cette raison, que nous avons opté pour une clarification du jus de datte brut par des agents chimiques, à savoir : la gélatine, les tanins, kieselguhr, et la bentonite.

Le jus ainsi obtenu est utilisé pour la fabrication du sirop et de la gelée de datte sans sucre.

IV.2. Démarche expérimentale

Les dattes sèche type « *Mech – Degla* » utilisée dans notre étude sont issues des palmiers de (Biskra), récoltés durant la période septembre, octobre. La datte *Mech-Degla* est de forme sub-cylindrique légèrement rétrécie à son extrémité, avec une couleur beige claire teinté d'un marron pour prononcé l'épicarpe est ridé, peut charnu de son consistante sèche et texture fibreux (Fig. 11). Le choix de variété se justifier par sa qualité nutritionnelle et gustative son abondance au niveau national et sa longue durée de conservation.

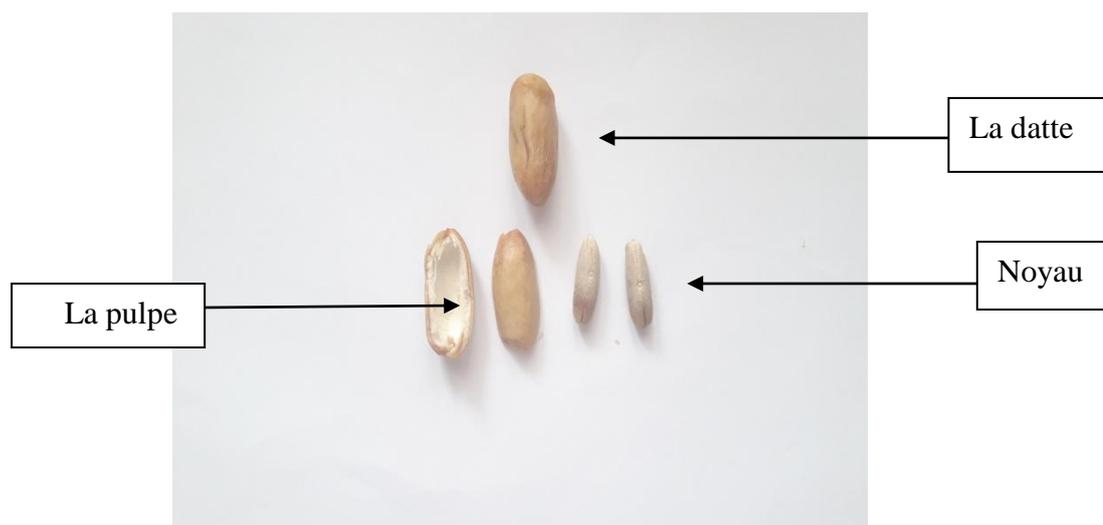


Figure 11: Datte *Mech-Degla* entière et coupée en deux

Les principales étapes de la démarche expérimentales sont récapitulées dans la figure 12.

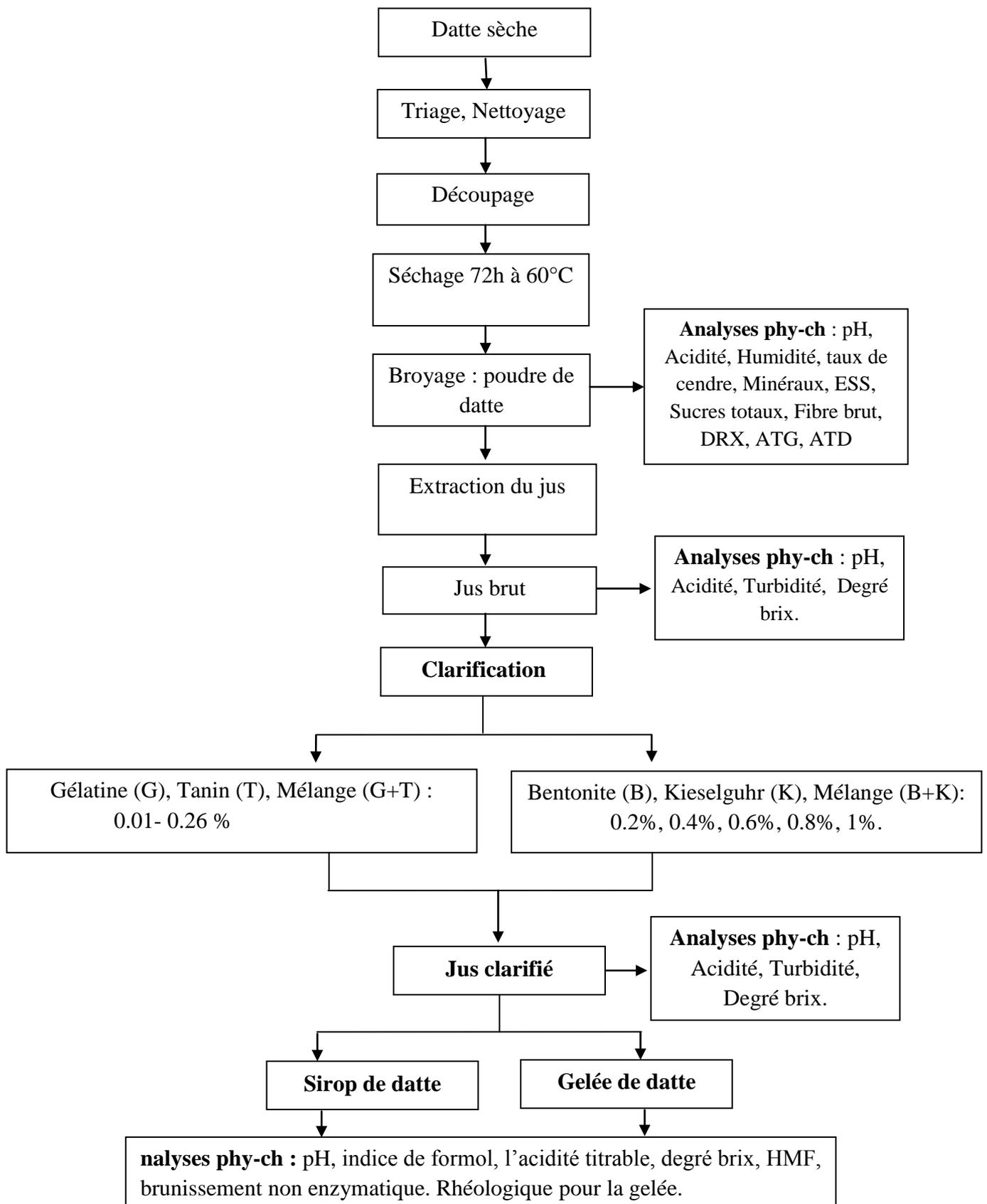


Figure 12 : Schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la démarche expérimentale.

Le séchage est l'opération ayant pour but d'éliminer l'eau contenue dans la datte sèche. Après le séchage, les dattes sont broyées par un broyeur type IKA. Le broyage permet d'augmenter la surface d'échange de la poudre, ce qui facilite sa dissolution dans l'eau. Après tamisage (tamis standard) la poudre ainsi obtenue est stockée dans des boîtes à fermeture hermétique et conservé à 4 °C jusqu'au moment des analyses ou jusqu'au moment de la fabrication du jus de datte.

IV.3. Caractérisation physico-chimiques de la poudre de datte sèche (PDS)

IV.3.1. pH

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

IV.3.2. Détermination de teneur en cendre

La teneur en cendre de la poudre de datte est déterminée selon la méthode (NF V 05-113,1972). Pour cela, on pèse 2gr de poudre de datte dans des capsules en porcelaine. Les capsules sont introduites dans un four à moufle réglé à 550±15°C pendant 5 heures jusqu'à l'obtention d'une cendre blanchâtre. Après refroidissement dans un dessiccateur, le poids des capsules est déterminé par une balance analytique.

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

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

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

$$Cd = 100 - MO (\%).$$

IV.3.3. Détermination des éléments minéraux

Les cendres obtenues sont dissouts dans 1 ml d'acide chlorhydrique à les quelles on ajoute avec précaution 10 ml d'eau distillée. Le mélange est chauffé quelques minutes au bain-marie jusqu'à dissolution complète des cendres. La solution est ensuite versée quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, ensuite ajusté jusqu'au le trait de jauge avec l'eau distillée. Les éléments minéraux, le potassium(K), le sodium(Na), le calcium

(Ca) ont été dosés par un photomètre de flamme JENWAY.les résultats sont exprimés en mg/l.

IV.3.4. Détermination de l'acidité titrable

L'acidité de la PDS et de la gelée est déterminée selon la méthode (NF V 05,1974). Pour cela, on pèse 25gr de la PDS ou de la gelée 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, on transverse, après refroidissement, quantitativement le contenu de la fiole conique dans une fiole jaugée de 250ml et on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie, bien mélanger puis filtrer.

A l'aide d'une pipette on prélève 25ml du filtrat dans un bêcher, ensuite on titre avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1N en présence de deux à trois goutte de phénolphtaléine, 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 :

$$A (\%) = \frac{(250 \times V_1 \times 100)}{(V_0 \times m \times 10)} \times 0.07 = 175 \frac{V_1}{V_0 \times m}$$

Soit : **m** : est la masse de la prise d'essai (gr), **V₀** : est le volume du filtrat pris pour le titrage (ml), **V₁** : est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 N utilisé (ml) et **0.07** est le facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique.

IV.3.5. Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau de PDS est déterminée selon la méthode (NF V 05-108 1970). Les capsules sont séchées à l'étuve durant 15mn à 102±2°C, après refroidissement, le poids des capsules est déterminé par une balance analytique. Dans chaque capsule on pèse 1gr de PDS (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%**: Teneur en eau, **M₁**: masse de la capsule + l'échantillon avant séchage (gr), **M₂**: masse de la capsule + l'échantillon après séchage (gr), **P** : Masse de la prise d'essai (gr).

IV.3.6. Détermination du taux solide soluble (TSS ou ° Brix)

Le taux du solide soluble (Degré Brix) est déterminée selon la méthode de (NF V 05-109, 1970), pour cela, on pèse 20 gr de PDS 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 pendant 20 minutes, après filtration, le taux de résidu sec soluble est déterminé à l'aide d'un réfractomètre du type *Bellingham+Stanley Limited*.

Le résidu sec soluble est donné par la formule suivante :

$$\text{TSS}(\%) = M \times \frac{M_1}{E}$$

Soit : **M** : La masse totale de la solution pesées (contenue dans le bécher) (gr), **M₁** : la valeur de °Brix (%), **E** : la masse de produit utilisé (gr).

Cas de jus brut, clarifié, gelée et sirop de datte : On filtre ou on centrifuge l'échantillon puis on détermine la valeur du résidu sec soluble par le refractomètre (lecture directe la valeur du °Brix).

IV.3.7. Détermination de la teneur en fibres totales

On pèse 4gr de la PDS, 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**).

IV.3.8. Dosage des sucres totaux

A 0.5 gr de PDS on additionne 20 ml d'acide sulfurique à 0,5 M. puis on place l'ensemble dans une étuve réglée à 105°C pendant 3 heures. La solution est transvasée 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**).

IV.3.9. Répartition granulométrique de poudre

La distribution granulométrique de la PDS 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 (**Iguerguaziz, 2012**)

IV. 3.10. Analyse thermique par la colorimétrie 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 technique qui mesure le flux de chaleur associé aux transitions d pour déterminer le point de fusion, la cristallinité ou encore 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 enregistrée 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 5 mg 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 $\Delta = 28,4\text{J/g}$.

IV.3.11. Diffraction par rayon 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 $0,02^\circ/\text{sec}$ (Guo B. Q, 2008).

IV.4. Obtention et caractérisation de jus brut de datte

IV.4.1. Fabrication du jus brut

La technique de fabrication du jus de dattes (Fig.13 ; Tab.10) a été inspiré d'une préparation artisanale. Après dénoyautage, les fruits ont été rincés à l'eau courante, puis égouttés sur papier filtre avant d'être étuvés pendant 72 h à 60°C .

La poudre de dattes sèche a été obtenue par broyage. Elle a été additionnée d'eau chaude (1 m / 6.6 volumes d'eau), puis maintenue à 80°C pendant 30 min avant d'être filtrée sur une simple toile en textile. Le Brix du jus brut est ajusté entre 11-12 °Brix. Le filtrat constituant le jus brut à base de datte sèche a été transversé dans des bocaux en verre hermétiquement fermés. Après acidification par l'acide citrique à 10% (pH entre 3 et 4), le jus est centrifugé à 4000 trs /mn pendant 10 min afin d'éliminer une partie des matières colloïdales précipitées. Le jus brut est ensuite pasteurisé à $80^\circ\text{C}/10\text{mn}$ afin de réduire la charge microbienne puis conservé à 4°C jusqu'au moment des analyses ou jusqu'au moment de la clarification par des agents chimiques.

Tableau 10 : Préparation de jus brut de datte.

PDS	Eau (TH=15°F)	Temps /température
150 gr	1L	30mn/80°C

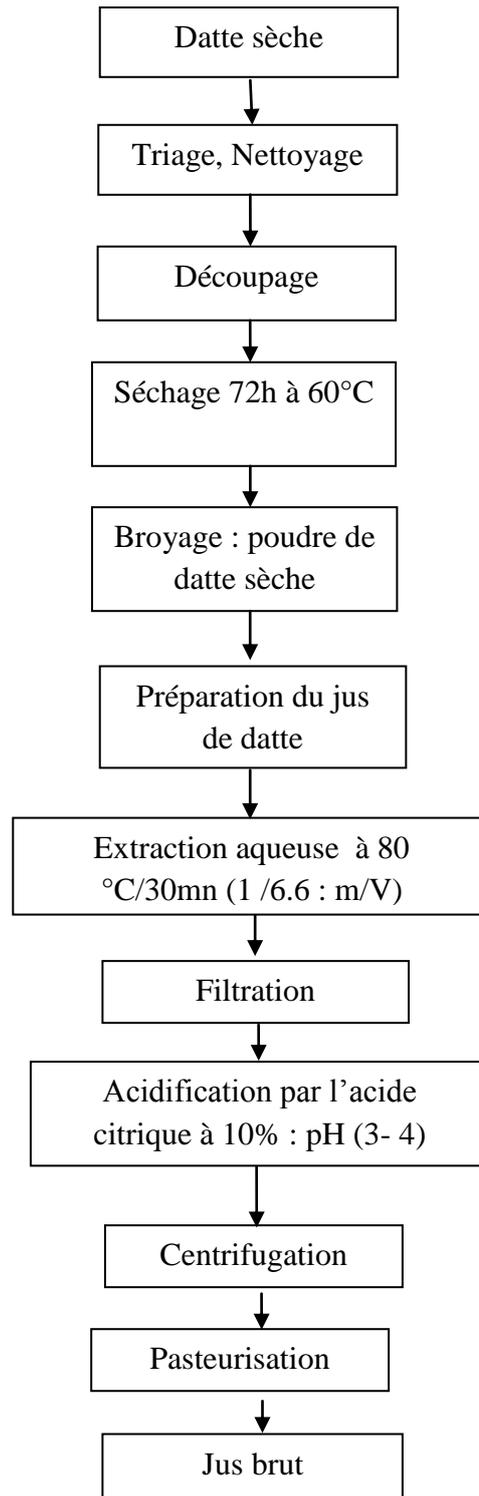


Figure 13 : Diagramme de fabrication du jus brut.

IV.4.2. Evaluation physico-chimique de jus brut

IV.4.2.1. pH

Le pH est déterminé par lecture directe sur un pH mètre préalablement étalonné

IV.4.2.2. Acidité

Voir (IV.3.4). L'acidité titrable est exprimée en grammes d'acide citrique pour 100g de produit :

$$A (\%) = \frac{(250 \times V1 \times 100)}{(V0 \times V \times 10)} \times 0.07 = 175 \frac{V1}{V0 \times V}$$

Soit : **V** : est le volume de la prise d'essai (ml), **V0** : est le volume du filtrat pris pour le titrage (ml), **V1** : est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 N utilisé (ml).

IV.4.2.3. Turbidité

Les mesures de turbidité indiquent la quantité de matière colloïdale en suspension dans le jus. La turbidité est mesurée à l'aide d'un turbidimètre (HANNA instruments. HI 88731-ISO *Turtebidimeter*). Les résultats sont exprimés en unité de turbidité (NTU).

IV.5. Essai de clarification de jus brut

La turbidité de jus brut à base de datte s'est révélée relativement importante. La turbidité d'un jus de fruits dépend généralement de la teneur en pulpe dans le produit. Elle est en fonction de la composition et de la nature de polysaccharides (hémicellulose, cellulose, pectine), les protéines, les métaux et les microorganismes qui y sont présents. Cette matière colloïdale contenue dans le jus aura tendance à flocculer lentement. Cette turbidité se développera d'avantage après conditionnement et limitera la durée de conservation de jus. Pour cette raison nous avons opté pour une clarification de jus de datte brut par le biais d'un procédé chimique.

Afin d'aboutir à un jus clair, limpide et de meilleure stabilité colloïdale nous avons procédé à la clarification du jus de datte brut en utilisant différents clarifiants: tanins, gélatine, complexe (tanin-gélatine), kieselguhr, bentonite, et le complexe (tanin-gélatine).

Les préparations des différents clarifiants utilisés pour clarifier le jus de datte brut ont été fournis par l'unité de recherche matériaux, université de Boumerdes.

Six préparations ont été testées :

- a) Une solution de gélatine (G), de tanin (T) et de mélange gélatine-tanin (G+T) à une concentration qui varie de 0.2% à 0.8% (Tab. 11).

Remarque : pour faciliter la dissolution de la gélatine et tanin, la préparation de la solution a été réalisé à chaud avec agitation.

- b) La bentonite (B), le kieselguhr (K) et le mélange bentonite- kieselguhr (B+K) sont utilisés sous forme de poudre (Tab.12).

Pour suivre l'efficacité de la clarification des différents clarifiants ont été utilisés, un échantillon de 15 ml de chaque solution traité est utilisé pour mesurer la turbidité immédiatement après centrifugation (Fig. 14).

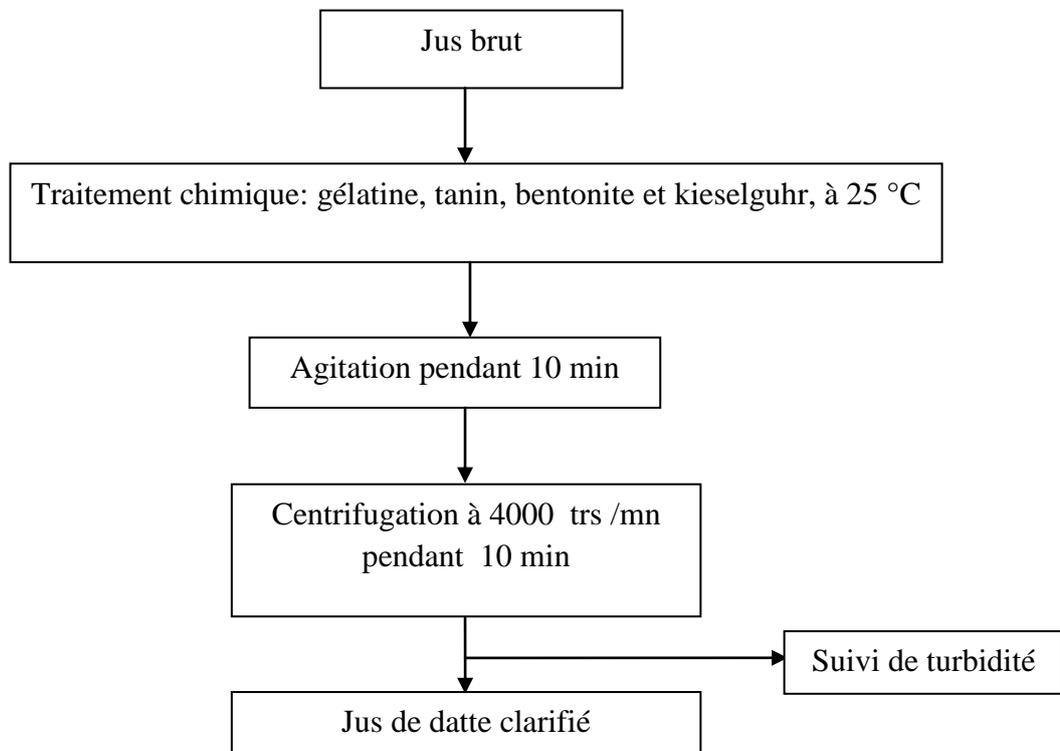


Figure 14 : Diagramme générale de la clarification de jus de datte brut par traitement chimique.

Les concentrations des différents agents clarifiants utilisés sont présentées dans les tableaux 11 et 12.

Tableau 11 : Les concentrations des agents clarifiants : gélatine et tanins.

[C] Agents clarifiants	Gélatine (V/V)	Tanins (V/V)	Mélange G+T (1/1 : V/V)
0.2gr /100ml			1 ml/ 15ml
			2 ml/ 15ml
			3 ml/ 15ml
			4 ml/ 15ml
			5 ml/ 15ml
0.4gr/100ml			1 ml/15 ml
			2 ml/15ml
			3 ml/15ml
			4 ml/15ml
			5 ml/15ml
0.6gr/100 ml			1 ml/15ml
			2 ml/15ml
			3 ml/15ml
			4 ml/15ml
			5 ml/15ml
0.8gr/100 ml			1 ml/15ml
			2 ml/15ml
			3 ml/15ml
			4 ml/15ml
			5 ml/15ml

Tableau 12 : Les concentrations des agents clarifiants : bentonite et kieselguhr.

[c] Agents clarifiants	Kieselguhr (m/v)	Bentonite (m/v)	Mélange (1/1: m/m)
0.2 gr/ 100ml			0.03 gr/15ml
0.4 gr/ 100ml			0.06 gr/15ml
0.6gr/ 100ml			0.09 gr/15ml
0.8gr/ 100ml			0.12 gr/15ml
1 gr / 100ml			0.15 gr/15ml

IV.6. Essai de fabrication de sirop et de la gelée de datte

IV.6.1. Processus de fabrication du sirop et de la gelée de datte

Les principales étapes de fabrication du sirop et de la gelée de datte sont présentées dans la figure 15, le jus clarifié par la bentonite à une concentration de 1gr/100ml à été retenue pour la clarification du sirop et de la gelée de datte :

-D'une part, par ce que l'efficacité de la clarification est meilleur avec la bentonite.

-D'autre part, la bentonite est inerte du point de vue chimique et d'une complète innocuité pour l'organisme, elle est plus économique que les autres clarifiant.

Inconvénient : Pertes importante en jus.

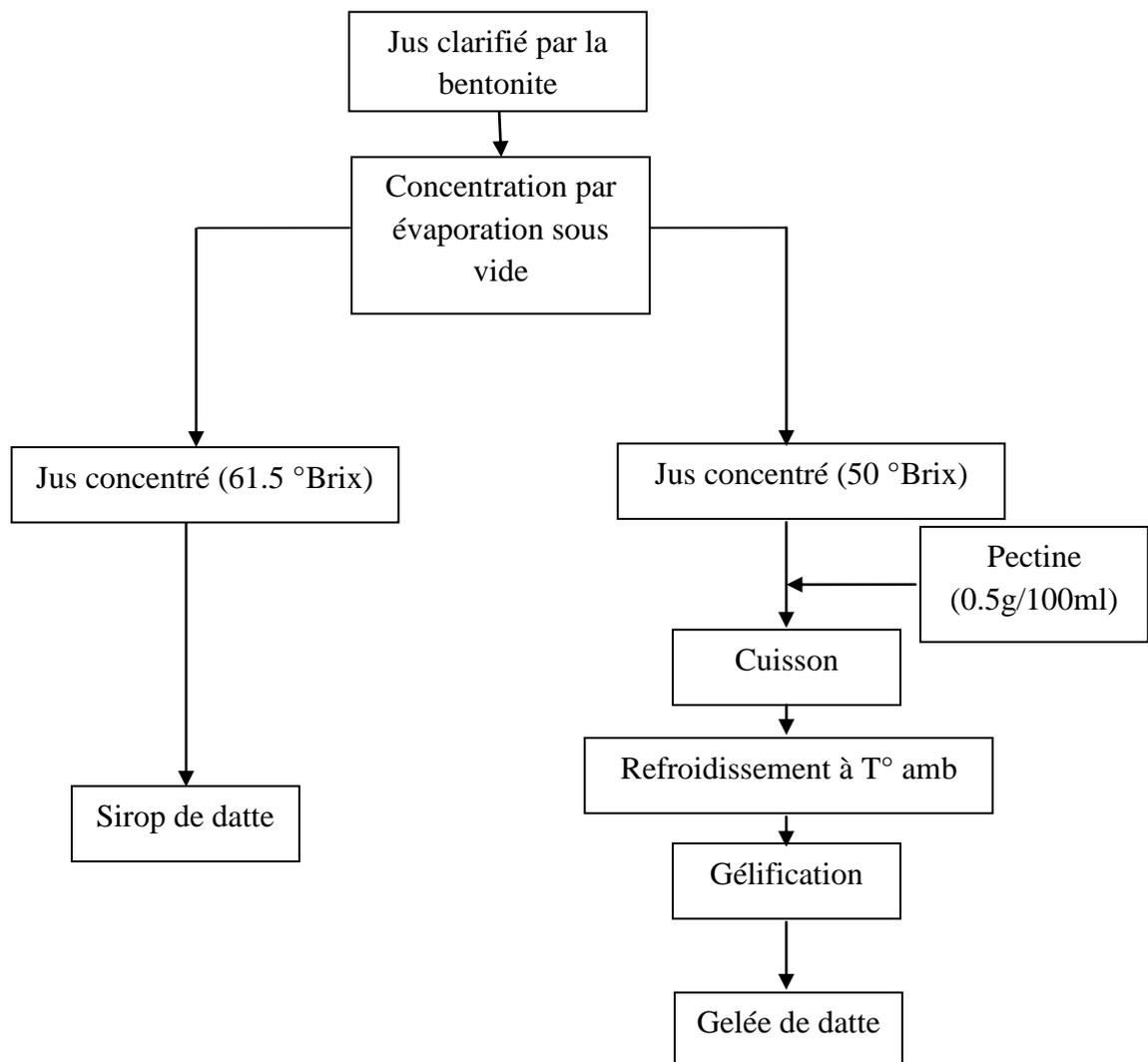


Figure 15 : Diagramme de fabrication du sirop et gelée de datte.

Pour le sirop de datte, Le jus de datte clarifié est concentré par évaporation sous vide à 65°C à l'aide d'un rotavapore de type (BUCHI Rotavapore R-210) jusqu'à l'obtention

d'une concentration de 60 à 61.5 °Brix. Le sirop obtenu est conservé à 4°C jusqu'à l'analyse. La qualité du sirop a été évaluée par plusieurs tests.

Pour la gelée, Le jus de datte clarifié est concentré par évaporation sous vide à 65°C. La concentration du sirop est ajustée à 50°Brix pour réduire le temps de cuisson. La gélification est réalisée par l'ajout de la pectine à 0.5 gr /100 ml de sirop (le pH du sirop est de 3 à 4). Le mélange est porté à ébullition avec agitation continue jusqu'à l'obtention d'une concentration de 65.5°Brix (gelée A) et de 68.5 °Brix (gelée B). Les gelées obtenues sont refroidies, conditionnées dans des boîtes en verre et stockées entre 4 à 5°C.

IV.6.2. Evaluation physico-chimique de sirop et de la gelée de datte

IV.6.2.1.Le pH

Voire (IV.3.1)

IV.6.2.2. Le brunissement non enzymatique

Pour l'estimation du brunissement non-enzymatique, on mélange 5gr de sirop de datte ou de gelée avec 100ml de 60ml / 100 ml d'alcool absolue dans un bêcher en verre. 12 h après, on filtre l'homogénat sur un papier filtre Whatman standard. On mesure l'absorbance (DO) du filtrat à 420 nm en utilisant l'alcool à 60 % comme blanc dans un spectrophotomètre. L'indice de brunissement est exprimé comme la valeur de l'absorbance à 420 nm.

IV.6.2.3.Indice de formol

L'indice de formol de la gelée et du sirop de datte est déterminé selon la méthode (NF V 76-102). Pour cela, 25 ml de la solution homogène du sirop et de la gelée de datte (10 gr de chaque produit dans 100ml) sont introduits dans un bêcher. La prise d'essai est neutralisée par la solution d'hydroxyde de sodium solution de 0.25 N sous agitation jusqu'à pH 8.1 mesuré au pH mètre. 10 ml de solution de formaldéhyde solution à 37-38% sont ajoutées, tout en maintenant l'agitation au bout d'environ 1min. Le mélange est titré par la solution d'hydroxyde de sodium solution de 0.25 N jusqu'à 8.1. On note le volume consommé V. L'indice de formol (IF) est déterminé par la formule suivante :

$$IF = V \times \frac{100}{V_0} \times 2.5$$

Soit : V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai, V est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de sodium utilisé.

IV.6.2.4. Teneur en Hydroxy méthyl furfural (H.M.F)

On pèse 5gr de gelée à 0.01gr près sont mélangés avec 25 ml d'eau distillée et 0.5 ml de la solution de Carrez 1 et Carrez 2 (**Annexe n°2**), le mélange est ajusté à 50ml. Après défécation et filtration 5 ml du filtrat est récupéré dans deux tubes à essais.

La dilution de l'échantillon et de la référence est effectuée comme montré dans le tableau 13.

L'absorbance est mesurée à 284 et 336 nm, au plus tard dans l'heure qui suit la préparation si la valeur de l'absorbance à 284 nm dépasse la valeur de 0,6, on dilue dans les mêmes proportions, la solution échantillon avec de l'eau distillée et la solution de référence avec du bisulfite de sodium (**Annexe n°2**), ceci est dans le but d'obtenir une absorbance suffisamment faible pour la mesure photométrique.

Tableau 13: Préparation des échantillons pour la lecture spectrophotométrique.

Ajouts au tube à essai	Solution échantillon	Solution de référence
Solution de gelée filtrée	5ml	5ml
Eau distillée	5ml	0
Solution de bisulfite de sodium	0	5ml

La teneur en HMF est déterminée par la formule suivante :

$$\text{HMF en (mg/kg)} = (A_{282} - A_{336}) \times 149,7 \times 5 \times D/P$$

Soit : **A284** : l'absorbance à 284 nm, **A336** : l'absorbance à 336 nm, **D** : le facteur de dilution, **p** : le poids en grammes à 0.01gR près de l'échantillon de gelée et de sirop, **5** : le poids nominal de gelée, sirop en g pour la méthode, **149.7** : constante de calcul (mg/kg).

IV.7. Etude du comportement rhéologique de la gelée 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.

Pour mesurer la viscosité du de la gelée, il faut préalablement éliminer toutes formes cristallines. Pour ce faire, la gelée est fondue au bain marie à 50°C. Quand la gelée est complètement liquide, nous la versons dans le viscosimètre dont la température du bain

thermostaté est à 50°C. Un cisaillement de 10 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'**IOCCC** est la suivante : 1. Augmentation du gradient de vitesse de 2 s^{-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.

Pour décrire le comportement rhéologique de la gelée on a utilisé le modèle de Casson et le du modèle d'Ostwald. Les paramètres m et n du modèle d'Ostwald sont estimés.

Si $n < 1$, le fluide est dit rhéofluidifiant, sa viscosité apparente diminue pour des vitesses de cisaillement croissantes. Nous étudions le comportement de la gelée dans un intervalle de vitesses de cisaillement allant de 0 à 100 s^{-1} .

IV.8. Analyses sensorielles du sirop de datte

IV.8.1. But

L'objectif de l'évaluation sensorielle est de connaître les proportions de sirop de datte qui permettent d'avoir une boisson présentant les meilleures caractéristiques organoleptiques (Odeur, Saveur sucré, Saveur acide, Saveur amer, Gout fruité).

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 (**Araud, 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.

IV.8.2. 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).

Le sirop de datte préparé a été proposé à la dégustation auprès de 20 personnes de la faculté des sciences de l'ingénierie, université de Boumerdes.

Il leur a été demandé d'effectuer un classement de préférence en ordre croissant pour les 5 boissons préparées : A, B, C, D, E avec des concentrations de 0.5, 1, 1.5, 2 et 2.5 ml dans 20ml de l'eau minérale gazeuse).

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

Nous avons utilisée 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 (20 dans notre cas).

P : nombre d'échantillons (5).

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).

Chapitre 5 : Résultats et discussions

V.1. Evaluation de la qualité physico-chimiques de la PDS

V.1.1. Caractéristiques physico-chimiques de la PDS

Le tableau 14, récapitule les principales caractéristiques physico-chimiques de la PDS.

Tableau 14 : Principales caractéristiques physico-chimiques de la PDS.

Paramètres	Teneur moyenne de PDS
pH	5.19 ± 0.01
Teneur en eau (%)	2.66 ± 0.66
Matière sèche (%)	97.34
Acidité titrable (% d'acide citrique)	0.57 ± 0.01
Fibres(%)	3.62
Sucre totaux (%)	75.47
Extrait sec soluble (degré brix) (%)	78.97
Taux de cendre(%)	3.66±0.60

NB : Les valeurs sont exprimées par la moyenne ± erreur standard.

pH :

La PDS étudiée a un pH légèrement acide de l'ordre de 5.19. Cette valeur est comparable à celle trouvée par **Bentalha (2012)** et **Boutrik (2010)** qui sont respectivement de 5.50 et 5.64, mais inférieure à celle trouvée par **Boutaida (2004)**, **Noui (2007)** et **Messaïd (2008)** avec des valeurs variant de 6 à 6,28.

Acidité :

La PDS étudiée présente une acidité de 0.57 %, cette valeur est comparable à celle trouvée par **Boukhiar (2009)** qui est de 0.50 % pour la variété Degla Beida. **Noui (2007)** et **Boutrik (2010)** ont signalé des valeurs plus faibles qui varient de 0.24 % et 0.29 % pour la variété Mech-Degla. La variabilité de l'acidité peut être expliquée principalement par la variété et l'état de maturité.

Humidité :

L'humidité de la PDS est de 2.66 %, elle est faible par rapport à celle trouvée par **Boutrik (2010)** qui est 3.25 %. Ce qui favorise une bonne conservation de PDS. Les poudres alimentaires ont une humidité inférieure à 5%.

Fibres :

L'analyse de fibres totales de la PDS montre que sa richesse en fibres avec une valeur de 3.62%.les constituants pariétaux de la datte : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine **Benchabane (1996)**. Les fibres sont des composés indigestes, mais ils ont un intérêt nutritionnel et technologique par leur capacité de rétention d'eau.

Sucres :

La datte est considérée comme une source des sucres. Plusieurs travaux ont signalés des valeurs élevés comprise entre 75 et 79 % pour la variété Mech-Degla **Djouab (2007)** ; **Boutaida (2004)**. Notre résultat est inclus dans cet intervalle avec une valeur de 75.47 %. Les dattes sèches sont considérées comme une bonne source de sucre simple **Ait Ameer (2001)**.

Extrait sec soluble :

La valeur élevé de l'extrait sec soluble de la PDS 78.97 %, montre que notre PDS est riche en résidus sec solubles (sucre, sels minéraux, protéines, acides organiques), principalement les sucres qui sont les constituants majoritaires des dattes, ce qui lui confèrent une grande valeur énergétique. Cette valeur 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 %.

Cendres et minéraux:

Le taux de cendre représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon. La valeur trouvée dans la PDS est de 3.66%. Cette valeur est supérieure à celle trouvée par **Bentalha (2012)** et **Noui (2017)** qui sont respectivement de 2,28% et 2,14%.

Les résultats des éléments minéraux sont résumés dont le tableau 15.

Tableau 15: La composition des éléments minéraux de la PDS.

Les éléments	PDS (mg / 100 g)
Potassium	517.35
Sodium	79.35
Calcium	---

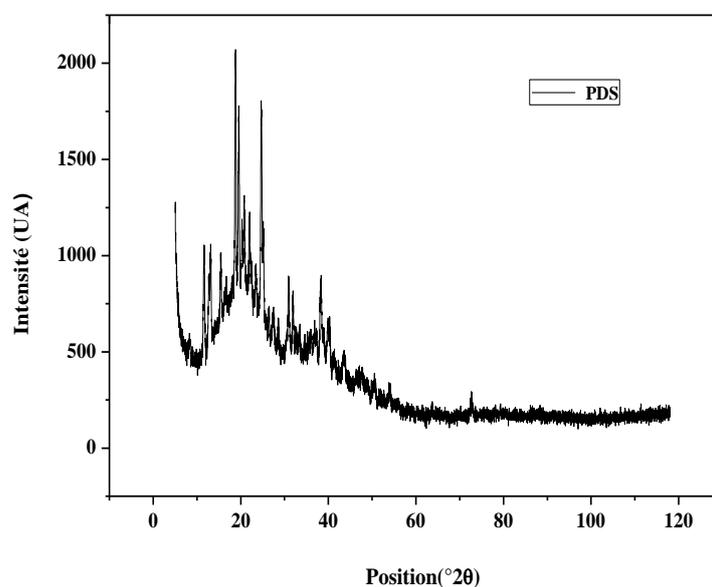
La teneur en Calcium n'a pas été déterminée, car le photomètre à flamme ne peut la quantifier.

La composition en minéraux de la PDS déterminée par photométrie de flamme, révèle la prédominance du Sodium (79.35 mg/100g), et du Potassium (517.35 mg/100g). La teneur en Potassium est inférieure à celle trouvée par **Amellal (2008)** et **Naoui (2007)** avec une valeur de 678 mg/100g.

La teneur en sodium est supérieure celle qui trouvée par, **Amellal (2008)** et **Naoui (2007)** avec des valeurs qui varient de 30.1 à 34 mg/100g.

V.1.2. Diffraction par rayon X

Les résultats de diffraction de rayons X de la poudre de datte (PDS) sont présentés sur la figure 16.

**Figure 16 :** Diffractogramme expérimental DRX de la poudre de la PDS.

D'après la figure 16, on remarque que le diffractogramme a relativement des pics similaires, en plus les pics des structures cristallines se situent dans l'intervalle 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°.

Les résultats de diffraction de rayons X de la PDS sont présentés dans la figure 16 et le tableau 16.

Tableau 16 : Les valeurs des pics majoritaires de Diffractogramme.

Position 2° Θ	PDS %	Position 2° Θ	PDS %
11,67	63,41	21,99	100
13,12	69,72	24,78	91,49
15,49	71,17	30,87	91,14
18,90	82,18	31,90	99,05
19,52	93,94	38,40	97,10
20,68	96,70	-	-

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

- La cristallisation de très nombreux sucres de la PDS.

V.1.3. Granulométrie de la PDS

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.

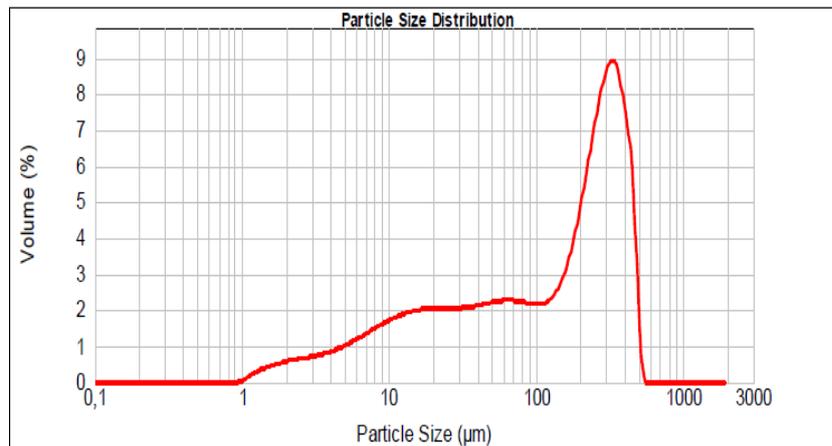
Les caractéristiques des particules et surface spécifique de la PDS sont illustrées dans le tableau 16. La figure 16 illustre la distribution des particules en fonction de leurs diamètres.

La dimension des particules de la datte PDS est comparable à celle évoquée par **Iguergaziz (2012)** pour la poudre de même variété de datte (*Mech-Degla*).

La valeur trouvée est de 151,49 μm pour 50 % des particules de la PDS, celle-ci est supérieur comparativement à quelques poudres alimentaire : farine (73 μm), lait en poudre (197 μm) et le thé (25 μm).

Tableau 17 : Caractéristique des particules de poudre de datte obtenu.

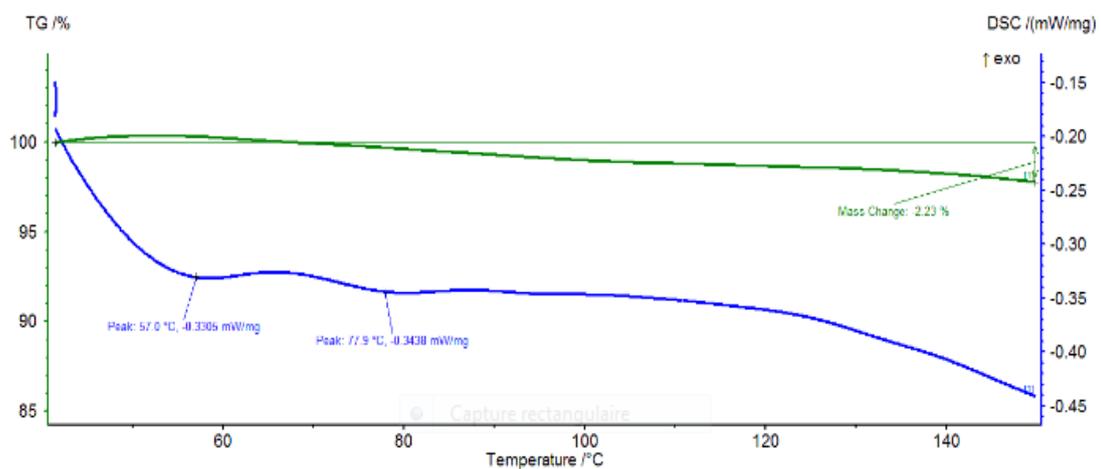
Poudre	D(0,1) μm	D(0,5) μm	D(0,9) μm	Span	Surface spécifique (m^2/g)
PDS	8.08	151,49	391.00	2,52	0,28

**Figure 17** : Distribution des particules en fonction de diamètre.

Un span faible indique que le diamètre des particules de la poudre est uniforme. La valeur du span de la poudre étudiée est de 2,52, cette valeur est élevée 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.

V.1.4. Analyse thermique

La figure 18 montre les courbes de l'ATG et DSC de la PDS.

**Figure 18** : Thermogramme de L'ATG et la DSC de la PDS.

Afin de connaître la perte d'eau de la PDS en fonction de la température, on fait appel à l'analyse thermique (DSC et ATG), la poudre est analysée dans la gamme : entre 0 et 150°C (fig. 18) avec un pas de température de 30°C / 5,0 (k/ min).

La courbe verte représente la perte de masse relative en fonction de la température (ATG) et la courbe bleue représente la dérivée de cette perte de masse. Les Thermogramme présentent des pics endothermiques de dégradation irréversible aux alentours de Température optimale entre 57°C et 77,9°C avec une perte de masse de 2,23% pour la PDS. La perte de masse est expliquée par l'évaporation de l'eau.

Tableau 18 : Les paramètres d'ATG et DSC de la PDS.

Poudre	Température initiale (°C)	Température finale (°C)	Température optimale	L'enthalpie (mW/mg)	Perte de masse(%)
PDS	40	17	57	-0,3305	2.23
	70	7.9	77.9	-0,3438	

Nos résultats trouvés lors de cette étude sont relativement identiques à ceux trouvés par **Iguerguaziz,(2012)** dont elle a travaillé sur des comprimés de dattes entières et/ou désuées 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%.

V.2. Caractéristique de jus de datte Brut et les essais de clarification

V.2.1. Caractéristique physicochimique du jus brut

Les caractéristiques du jus brut sont présentées dans le tableau 19.

Tableau 19 : Paramètres physicochimique du jus brut.

Paramètres	pH	pH (après acidification)	Acidité (%)	°Brix	Turbidité (NTU)
Jus brut	5.43±0.07	3.71±0.12	0.64±0.01	11.83±0.14	888

La turbidité du jus brut est très élevée, elle est de l'ordre de 888 NTU. Cette turbidité est due à la présence des matières colloïdales (protéines, particules en suspension).

Le pH du jus brut est légèrement acide (5.43). L'acidité est de l'ordre de 0.64%, elle est due à la présence des acides contenue dans la poudre de datte.

Pour assurer une bonne stabilité du jus brut, une solution d'acide citrique (10%), à été ajouté jusqu'à l'obtention d'un pH de 3.71. La turbidité du jus brut a été diminuée de 50% après acidification. Le Brix nous renseigne sur la teneur en sucre et des substances solubles de jus, il est de 11.83°Brix

V.2.2. Essai de clarification de jus brut

V.2.2.1. Essai de clarification de jus brut par la gélatine

Les résultats de la turbidité des jus clarifiés par la gélatine à différentes concentrations sont présentés dans le tableau 20, et la figure 19.

Tableau 20: Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par la gélatine à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Gélatine (V/V)	Turbidité (NTU)	Abattement (%)
0.2gr /100ml (m/v)	1ml/ 15ml	130	85.36
	2ml/ 15ml	113	87.27
	3ml/ 15ml	282	68.24
	4ml/ 15ml	264	70.27
	5ml/ 15ml	226	74.54
0.4gr /100ml (m/v)	1 ml/15ml	183	79.39
	2 ml/15ml	289	67.45
	3 ml/15ml	280	68.46
	4ml/15ml	200	77.47
	5ml/15 ml	174	80.40
0.6gr /100ml (m/v)	1ml/15 ml	248	72.07
	2ml/15ml	300	66.21
	3ml/15 ml	219	75.33
	4ml/15 ml	147	83.44
	5ml/15 ml	160	81.98
0.8gr /100ml (m/v)	1ml/15 ml	286	67.79
	2ml/15 ml	227	74.43
	3ml/15 ml	218	75.45
	4ml/15 ml	169	80.96
	5ml/15 ml	167	81.19

Pour mieux visualiser les effets des différentes concentrations de la gélatine, on a calculé l'abattement qui est le rapport entre la turbidité finale et initial.

D'après les résultats du tableau 20, on constate une diminution de 87.27% de la turbidité du jus brut après clarification par la gélatine,

L'abattement le plus faible a été obtenue avec la solution de gélatine à une concentration de 0.6gr /100 ml. La concentration micellaire critique CMC est de 0.02 %, la gélatine est plus efficace à des faibles concentrations avec une turbidité de 113 NTU à une concentration de 0.2gr /100 ml.

A des fortes concentrations (0.4, 0.6, 0.8 gr /100ml), on constate une diminution de la turbidité.

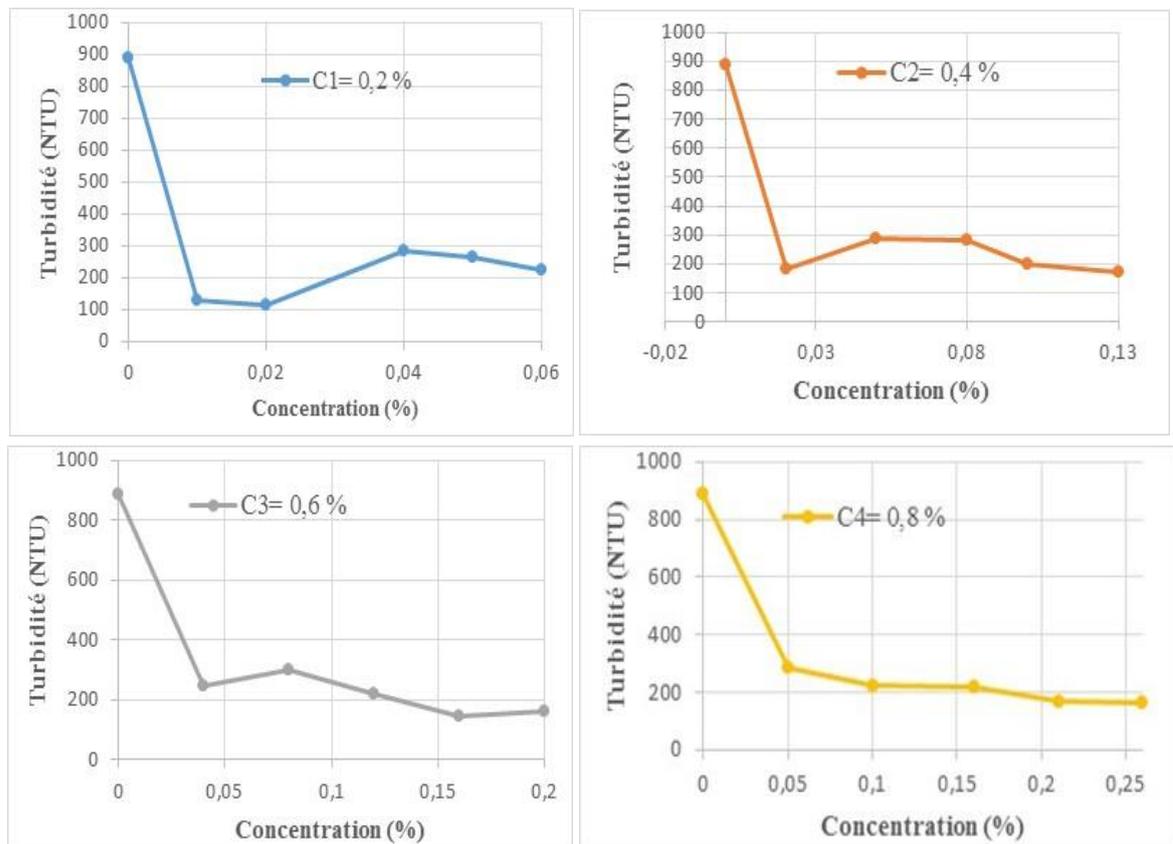


Figure 19 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration de la gélatine

Des études ont montré que la gélatine est efficace pour des PM intermédiaire (entre 500 et 3000DA).

L'efficacité élevée de la gélatine à des faibles concentrations peut être expliquée par le phénomène d'encombrement moléculaire, par ailleurs on constate une diminution après une augmentation de la turbidité, cette irrégularité peut être expliquée par l'effet de dilution et la composition des jus de dattes (présences des substances inhibitrices).

La gélatine ainsi que le complexe Tanin-gélatine peuvent fixer les colloïdes chargés négativement et les autres substrats des jus au cours de la clarification, on obtient un jus plus clair après le traitement.

La gélatine de type A (utilisée dans notre cas) a une charge positive prédominante, elle réagit plus rapidement avec les tanins chargés négativement présents dans les jus de dattes.

V.2.2.2. Essai de clarification de jus brut par les tanins

Les résultats de la turbidité des jus clarifiés par les tanins à différentes concentrations sont présentés dans la figure 20 et le tableau 21.

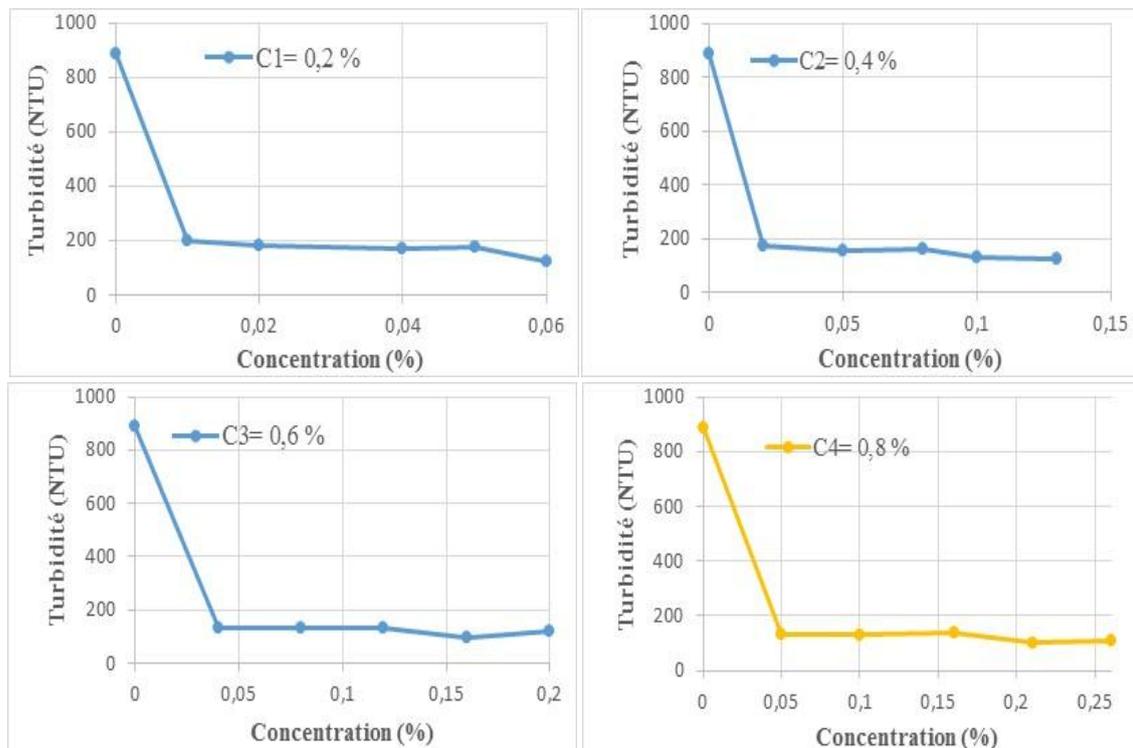


Figure 20 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration des tanins.

Contrairement à la gélatine, les tanins sont plus efficaces à des fortes concentrations 0.6gr /100ml avec un abattement le plus élevée 89.07%. La concentration micellaire critique CMC pour les tanins est de 0.16 %.

L'abattement le plus faible 77.81% a été obtenue à une concentration de tanin de 0.2g/100ml. Pour la solution de tanin à 0.2 et 0.4 gr /100ml, la turbidité et la concentration sont inversement proportionnelle.

Les tanins sont connus par leurs propriétés de se fixer sur les protéines en les insolubilisant et de donner avec les sels de fer une coloration bleu noir.

Tableau 21 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par les tanins à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Tanins (v/v)	Turbidité (NTU)	Abattement (%)
0.2gr /100ml (m/v)	1ml/ 15ml	197	77.81
	2ml/ 15ml	182	79.50
	3ml/ 15ml	169	80.96
	4ml/ 15ml	175	80.29
	5ml/ 15ml	122	86.26
0.4gr/100ml (m/v)	1 ml/15ml	171	80.74
	2 ml/15ml	155	82.54
	3 ml/15ml	158	82.20
	4ml/15ml	129	85.47
	5ml/15 ml	123	86.14
0.6 gr/100 (m/v)	1ml/15 ml	130	85.36
	2ml/15ml	132	85.13
	3ml/15 ml	130	85.36
	4ml/15 ml	97.0	89.07
	5ml/15 ml	123	86.14
0.8 gr/100 ml (m/v)	1ml/15 ml	134	84.90
	2ml/15 ml	130	85.36
	3ml/15 ml	139	84.34
	4ml/15 ml	103	88.40
	5ml/15 ml	110	87.61

L'instabilité de la turbidité à des concentrations de 0.6 et 0.8gr/100ml peut expliquer par l'interaction entre les molécules du jus de datte (complexe protéines – tanins).

En comparant les valeurs de l'abattement obtenu avec la gélatine et les tanins on peut dire que les tanins sont plus efficaces que la gélatine dans la clarification des jus des dattes.

V.2.2.3. Essai de clarification de jus brut par le mélange tanin-gélatine

Les résultats de la turbidité des jus clarifiés par le mélange (Tanin- gélatine) à différentes concentrations sont présentés dans la figure 21 et le tableau 22.

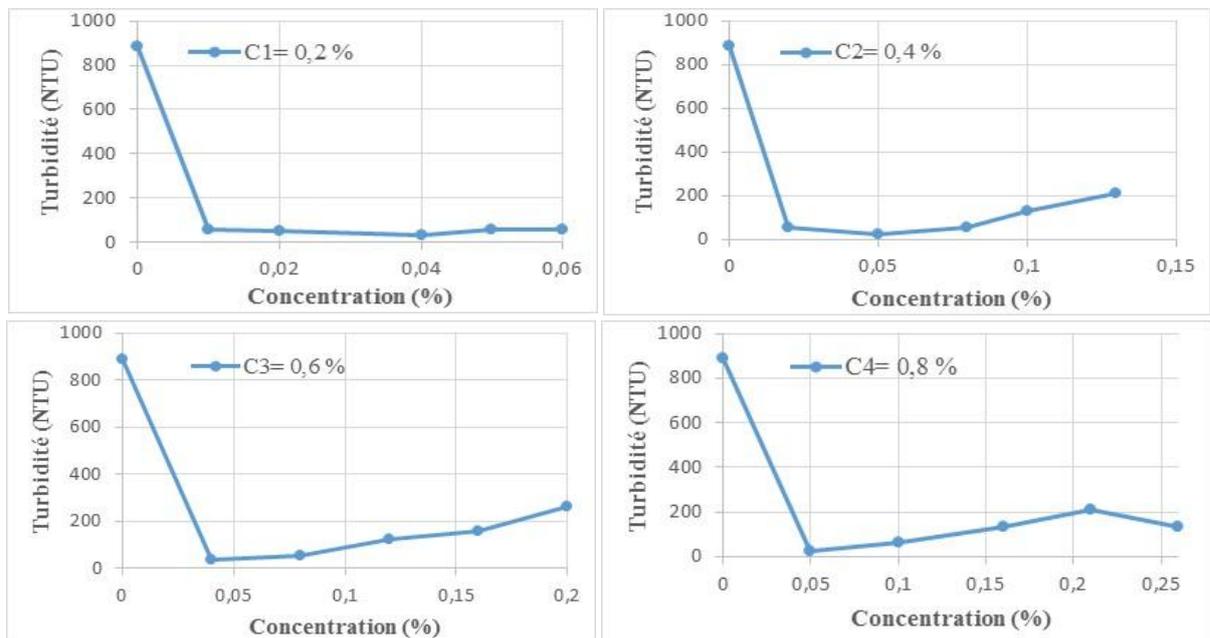


Figure 21 : Variation de la turbidité en fonction des doses de mélange (tanin-gélatine).

La turbidité la plus élevée obtenue par le mélange gélatine-tanins est de 263 NTU à une concentration 0.6 gr /100 ml, avec un abattement de 70.38 %. L'abattement le plus élevé (97.03%) a été obtenue avec concentration de 0.4 gr /100 ml.

Les résultats de la turbidité ainsi que l'abattement montrent que le complexe gélatine-Tanins est plus efficace à des faibles concentrations (0.2, 0.4 gr /100 ml) que la gélatine et les tanins seuls. Cela peut être expliqué par la réaction entre les tanins et la gélatine et les particules en suspension ou en solution colloïdale (la plupart chargés négativement).

Le complexe, ainsi formé, demeure stable en solution limpide (liaisons hydrogène réversible) et précipite en présence des cations métalliques (liaisons covalentes stables). La concentration micellaire critique CMC pour le mélange tanin-gélatine est de 0.05 %.

Tableau 22 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le mélange tanin-gélatine à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Mélange G+T (V/V)	Turbidité (NTU)	Abattement (%)
0.2gr /100ml (m/v)	1 ml / 15ml	54.8	93.82
	2 ml / 15ml	48.5	94.53
	3 ml / 15ml	28.9	96.74
	4 ml / 15ml	58.3	93.43
	5 ml / 15ml	55.9	93.70
0.4gr/100ml (m/v)	1 ml /15ml	56.6	93.62
	2 ml /15ml	26.3	97.03
	3 ml /15ml	53.3	93.99
	4ml /15ml	132	85.13
	5ml /15 ml	217	75.56
0.6gr/100 (m/v)	1ml /15 ml	39.2	95.58
	2ml /15ml	56.2	93.67
	3ml /15ml	125	85.92
	4ml /15ml	159	82.09
	5ml /15 ml	263	70.38
0.8 gr/100 ml (m/v)	1ml /15ml	27.9	96.85
	2ml /15 ml	61.8	93.04
	3ml /15 ml	137	80.51
	4ml /15 ml	213	76.01
	5ml /15 ml	134	84.90

V.2.2.4. Essai de clarification de jus brut par kieselguhr

Les résultats de la turbidité des jus clarifiés par le Kieselguhr à différents concentrations sont présentés dans la figure 22 et les tableaux 23.

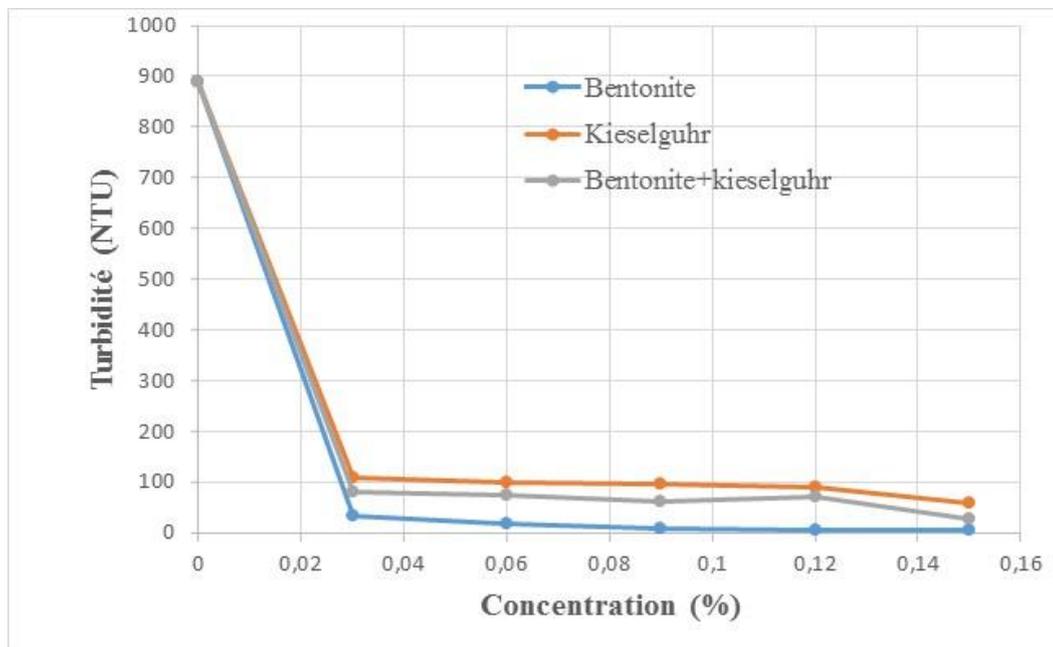


Figure 22 : Variation de la turbidité en fonction des concentrations de la bentonite, le kieselguhr et le mélange bentonite – kieselguhr.

D'après les résultats obtenus on remarque que le kieselguhr est plus efficace à des fortes concentrations. La turbidité la plus faible (59.9 NTU) est enregistrée avec des fortes concentrations (1gr/100ml) ce qui correspond à un abattement 93.25%, donc l'abattement est proportionnel à la concentration.

Tableau 23 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le kieselguhr à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Kieselguhr (m/v)	Turbidité (NTU)	Abattement (%)
0.2 gr/100ml	0.03g/15ml	110	87.61
0.4 gr/100ml	0.06g/15ml	101	88.62
0.6 gr/100ml	0.09g/15ml	96.7	89.11
0.8 gr/100ml	0.12g/15ml	90.3	89.83
1 gr/100ml	0.15g/15ml	59.9	93.25

La concentration micellaire critique CMC pour le kieselguhr est de 1 %.

L'efficacité du kieselguhr peut être expliquée par sa capacité de rétention de la matière colloïdale contenue dans le jus de datte.

V.2.2.5. Essai de clarification de jus brut par la bentonite

Les résultats de la turbidité et l'abattement de la bentonite à différentes concentrations sont présentés dans le tableau 24 et la figure 22.

Tableau 24 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par la bentonite à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Bentonite (m/v)	Turbidité(NTU)	Abattement (%)
0.2 gr/100ml	0.03g/15ml	35.0	96.05
0.4 gr/100ml	0.06g/15ml	19.6	97.79
0.6 gr/100ml	0.09g/15ml	9.01	98.98
0.8 gr/100ml	0.12g/15ml	7.09	99.20
1 gr/100ml	0.15g/15ml	7.01	99.21

Les résultats montrent que la turbidité est proportionnelle à la concentration de la bentonite. La valeur la plus faible est enregistrée à une concentration de 1gr/ 100 ml, ce qui correspond à un abattement de 99.21%. La concentration micellaire critique CMC pour la bentonite est de 1 %.

Le principal mécanisme d'action de la bentonite est l'adsorption en surface qui enlève les protéines, les métaux lourds et les pesticides. La bentonite réagit avec les protéines et les matières colloïdales chargées positivement et les cations, cela montre la richesse du jus de datte en colloïdes chargé positivement.

V.2.2.6. Essai de clarification de jus brut par mélange kieselguhr et bentonite

Les résultats de la turbidité des jus clarifiés par le mélange (bentonite-kieselguhr) à différentes concentrations sont présentés dans le tableau 25 et la figure 22.

On remarque que le mélange bentonite-kieselguhr est moins efficace que le kieselguhr et la bentonite seuls.

La turbidité la plus faible est enregistrée avec une concentration de 0.6 %. L'instabilité de la turbidité peut être dû à une erreur de manipulation. La concentration micellaire critique CMC pour le mélange bentonite-kieselguhr est de 0.6 %.

Tableau 25 : Valeurs de la turbidité et de l'abattement du jus clarifié par le mélange bentonite - kieselguhr à différentes concentrations.

[c] Agents clarifiants	Mélange k+b (1/1:m/v)	Turbidité (NTU)	Abattement (%)
0.2 gr/100ml	0.03g/15ml	79.7	91.02
0.4 gr/100ml	0.06g/15ml	73.6	91.71
0.6 gr/100ml	0.09g/15ml	62.4	92.97
0.8 gr/100ml	0.12g/15ml	70.7	92.03
1 gr/100ml	0.15g/15ml	28.4	96.80

Le mécanisme de la clarification est mal défini à cause de la complexité des phénomènes et des difficultés concernant l'analyse des principaux composés impliqués (colloïdes, tanins, protéines) :

- La réaction entre les protéines (chargés positivement) et les particules en suspension ou en solution colloïdale (la plupart chargées négativement) est en fonction de la concentration des ions H⁺ de la solution.
- Les tanins transforment la gélatine, colloïde hydrophile positif, en un nouveau colloïde hydrophobe négatif. Le complexe, ainsi formé, demeure stable en solution limpide (liaisons hydrogène réversible) et précipite en présence des cations métalliques (liaisons covalents stables). La formation de ce complexe correspond à la floculation. Cette floculation est suivie d'une précipitation.
- les tanins s'associent principalement avec les protéines par des liaisons hydrogènes et hydrophobes. Les liaisons hydrogènes se forment entre les groupements phénoliques (donneurs d'électrons) et les fonctions carbonyles des liaisons peptidiques (accepteurs d'électrons).

V.3. Caractéristiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte

V.3.1. Caractéristiques physico-chimiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte

Le tableau 26 résume les caractéristiques physico-chimiques du jus clarifié, de sirop et de la gelée de datte.

Tableau 26 : Caractéristiques physico-chimiques de jus clarifié, sirop et gelée de datte.

échantillons	pH	Acidité (%)	°Brix	Turbidité (NTU)
Jus clarifié	3.0 – 4.0	0.9 ± 0.01	11.5	27.1
Sirop de datte	3.77	3.86 ± 0.03	62.0	-
Gelée A	3.89	2.55 ± 0.12	65.5	-
Gelée B	3.61	3.61 ± 0.02	68.5	-

Le pH faible de jus clarifié, de sirop et de la gelée de datte est dû à l'acidification par l'acide citrique.

L'acidité de jus clarifié est de 0.9 % cette valeur est due à l'acidité de PDS et l'acide citrique ajouté.

L'acidité élevée de sirop par rapport à la gelée est expliquée par l'effet de la concentration et la diminution des acides volatiles pendant la cuisson.

La teneur en sucre de la gelée (65.5 - 68°Brix) est plus élevée que celle de sirop (62°Brix), le sucre est un ingrédient essentiel pour la gélification. Le brix de jus clarifié est ajusté à 11.5°Brix. La turbidité de jus clarifié par la bentonite à 1% est de 27.1 NTU.

V.3.2. Brunissement non enzymatique

Les résultats de brunissement non enzymatique sont présentés dans le tableau 27.

Tableau 27 : Résultats du brunissement non enzymatique du sirop et de la gelée de datte.

échantillons	Sirop de datte	Gelée A	Gelée B
DO (420 nm)	0.159	0.295	0.331

La couleur typique de la gelée change graduellement en rouge brique et puis devient marron ce phénomène est connu par le brunissement non enzymatique (réaction de Maillard) qui génère des pigments noirs et dégrade la couleur naturelle de produit. Elle est

plus élevé dans la gelée B (0.331) que dans la gelée A et le sirop (0.295, 0.159) cela est dû à la durée de la cuisson.

V.3.3. Indice de formol

Les résultats de l'indice de formol sont présentés dans le tableau 28.

Tableau 28 : Résultats de l'indice de formol du sirop et de la gelée de datte.

Echantillons	Valeur moyenne
Sirop	60.00 ± 0.00
Gelée A	56.66 ± 2.98
Gelée B	40.00 ± 5.16

La teneur en acide aminée libre nous renseigne sur l'origine et la qualité nutritionnelle de jus utilisé pour la fabrication de sirop et la gelée de datte. Les teneurs élevées de l'indice de formol prouvent que les produits fabriqués ont des valeurs nutritionnelles appréciables.

Le sirop est plus riche en acide aminée libre que les deux gelées (A et B) cela peut être expliqué par :

- le mode d'obtention de sirop (concentration sous vide)
- des pertes des acides aminés libres au cours de brunissement non enzymatique (réaction de Maillard).

V.3.4. Hydroxyl méthyl furfural (HMF)

Les teneurs en HMF du sirop, gelée A et B sont récapitulées dans le tableau 29.

Tableau 29: Valeur de l'HMF du sirop, gelée A et B.

Echantillons	HMF (mg/kg)
Sirop	13.47
Gelée A	128.74
Gelée B	1267.95

La teneur en HMF du sirop est inférieure à celle des deux gelées (A et B), ceci est dû au traitement thermique appliqués durant la fabrication. Ces gelées ont subi une cuisson à 100°C pendant 10 à 20 min ce qui favorise l'accumulation de l'hydroxyl méthyl furfural.

V.4. Comportement rhéologique de la gelée

V.4.1. Comportement rhéologiques selon la méthode standard

Les deux courbes présentent les paramètres rhéologiques des gelées A, B et témoin (commerciale) sont présentées dans la figure 23.

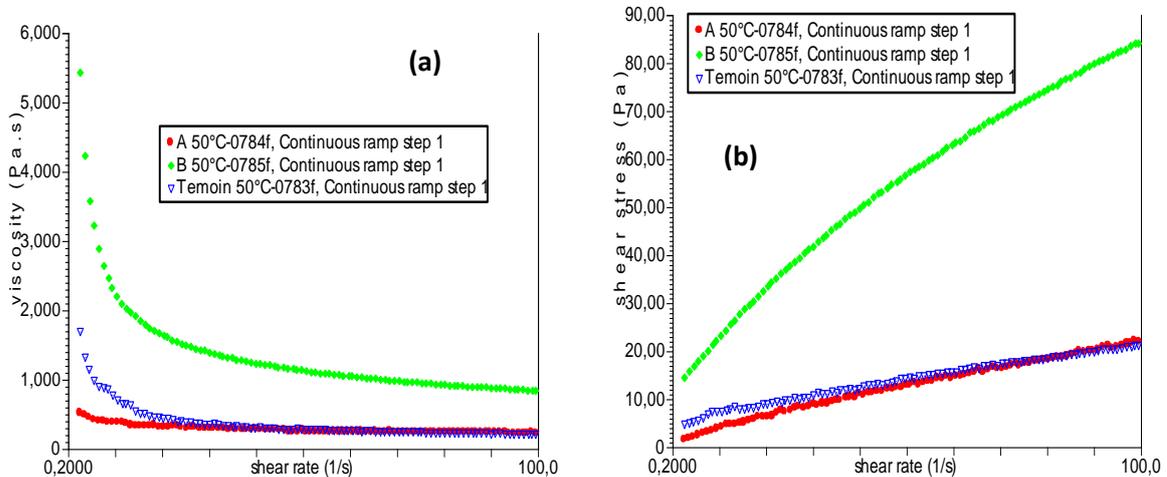


Figure 23 : Courbe de viscosité (a) et d'écoulement (Rhéogramme) (b) des gelées A, B et témoin à 50°C.

D'après les résultats obtenus on remarque que plus la vitesse de cisaillement augmente plus la viscosité de la gelée diminue.

D'après nos résultats on observe que la viscosité initiale est de 0,7 Pa.s pour la gelée A et de 5,7 Pa.s pour la gelée B et une viscosité finale de 0,4 Pa.s et de 1,3 Pa.s pour les gelée A et B successivement. La viscosité de la gelée témoin (gelée commerciale) est proche à celle de gelée A. La différence de viscosité est expliquée par la texture des gels formés.

D'après la littérature à un gradient de vitesse 5 s^{-1} des contraintes de cisaillement entre 10 et 70 Pa, sont observé. D'après le rhéogramme (b) on observe des valeurs qui varient entre 3 et 5 Pa pour la gelée A et la gelée témoin. La contrainte de cisaillement de la gelée B est de 17 Pa. Cette différence peut être expliquée par la quantité d'eau emprisonnée dans la structure du gel formé des deux gelées.

Plusieurs facteurs affectent la mesure de la viscosité peuvent expliquer la différence entre les gelées. La viscosité peut être influencée par le temps à l'état fondu ou bain marie. En effet si la gelée reste suffisamment longtemps dans un milieu humide, le sucre va se redissoudre dans la gelée et la viscosité en sera affectée.

V.4.2. Modèle de Casson

La figure 24 représente les rhéogramme des gelées selon le modèle de Casson.

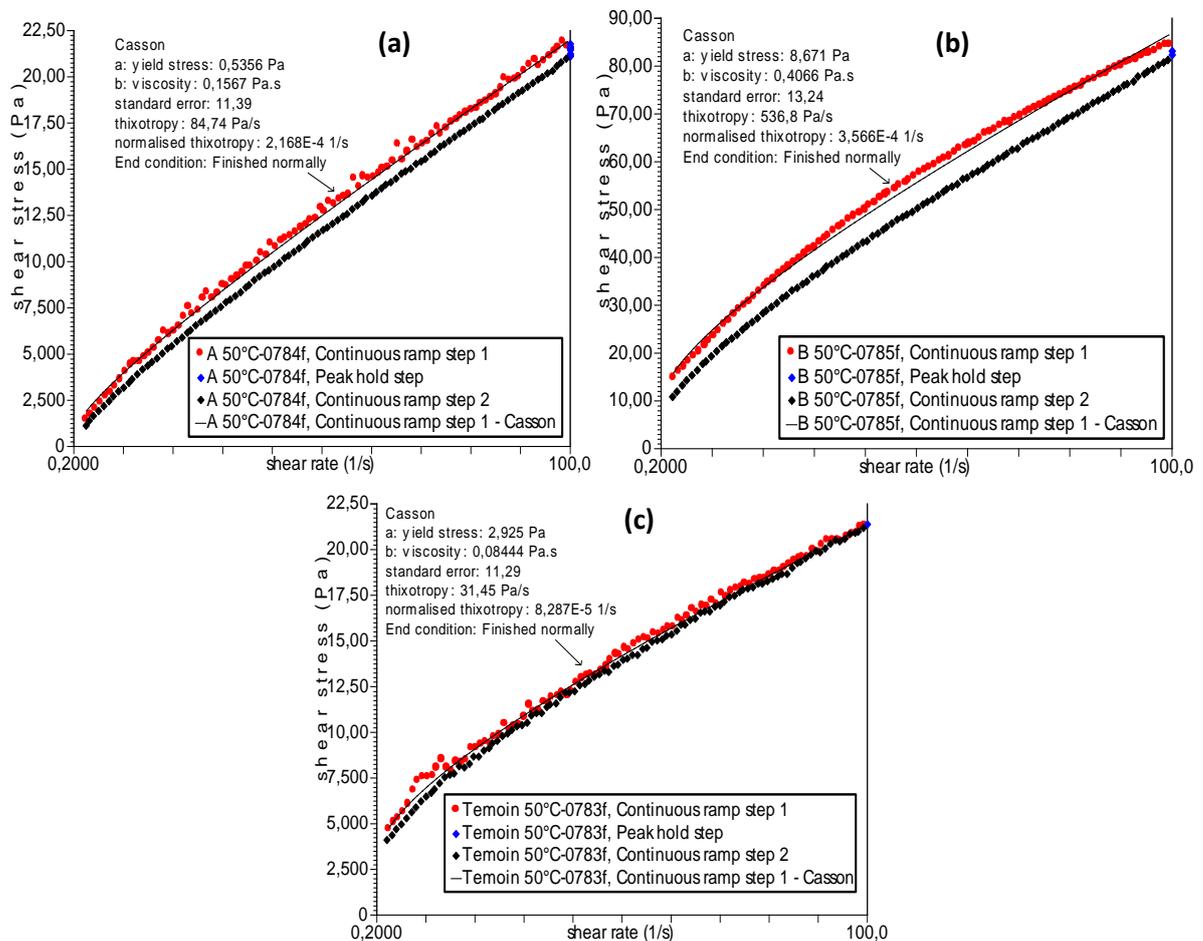


Figure 24 : Rhéogrammes des gelées A (a), B (b) et témoin (c), selon le modèle de Casson.

Sur les rhéogrammes (Fig. 24) on observe une diminution de la contrainte de cisaillement (viscosité) entre la montée et la descente à un gradient de vitesse constant. Ceci nous montre que la gelée a un comportement thixotrope (restructuration du gel après cisaillement), mais cette thixotropie est plus marquée avec la gelée B (536.8 Pa.s).

Les résultats des courbes d'écoulements nous montrent un comportement d'une suspension diluée qui s'adapte mieux avec le modèle de Casson, plus marqué pour la gelée témoin (Fig. 24). Ce sont probablement les interactions entre les particules de sucre et la nature de la pectine additionnée qui sont responsables de ce comportement. Le % de la pectine utilisé dépend de la quantité initiale de la pectine du jus utilisé pour la fabrication de la gelée. Théoriquement la formation des gels à partir de solutions de longues chaînes de polymères

comme les pectines se fait grâce à des liaisons entre macromolécules voisines formant ainsi un réseau continu de haute stabilité mécanique. Mais aussi les types de liaison dépend à la fois des caractéristiques des groupes chimiques placés convenablement le long des chaînes. On soupçonnait, alors, les liaisons d'être des ponts hydrogène, des attractions ioniques (attraction entre les groupements carboxyles ionisés et des cations) et peut-être même des liaisons covalentes.

Aussi le pH est un facteur primordial de la gélification de la gelée. Le gel ne pourra se former si le pH est supérieur à 3,5/3,6. La force de gel, tout comme la température de gélification sont inversement corrélées au pH. Une différence de pH de 2,82 à 3,12 peut faire varier de 30 % la force de gel.

V.4.3. Modèle d'Ostwald

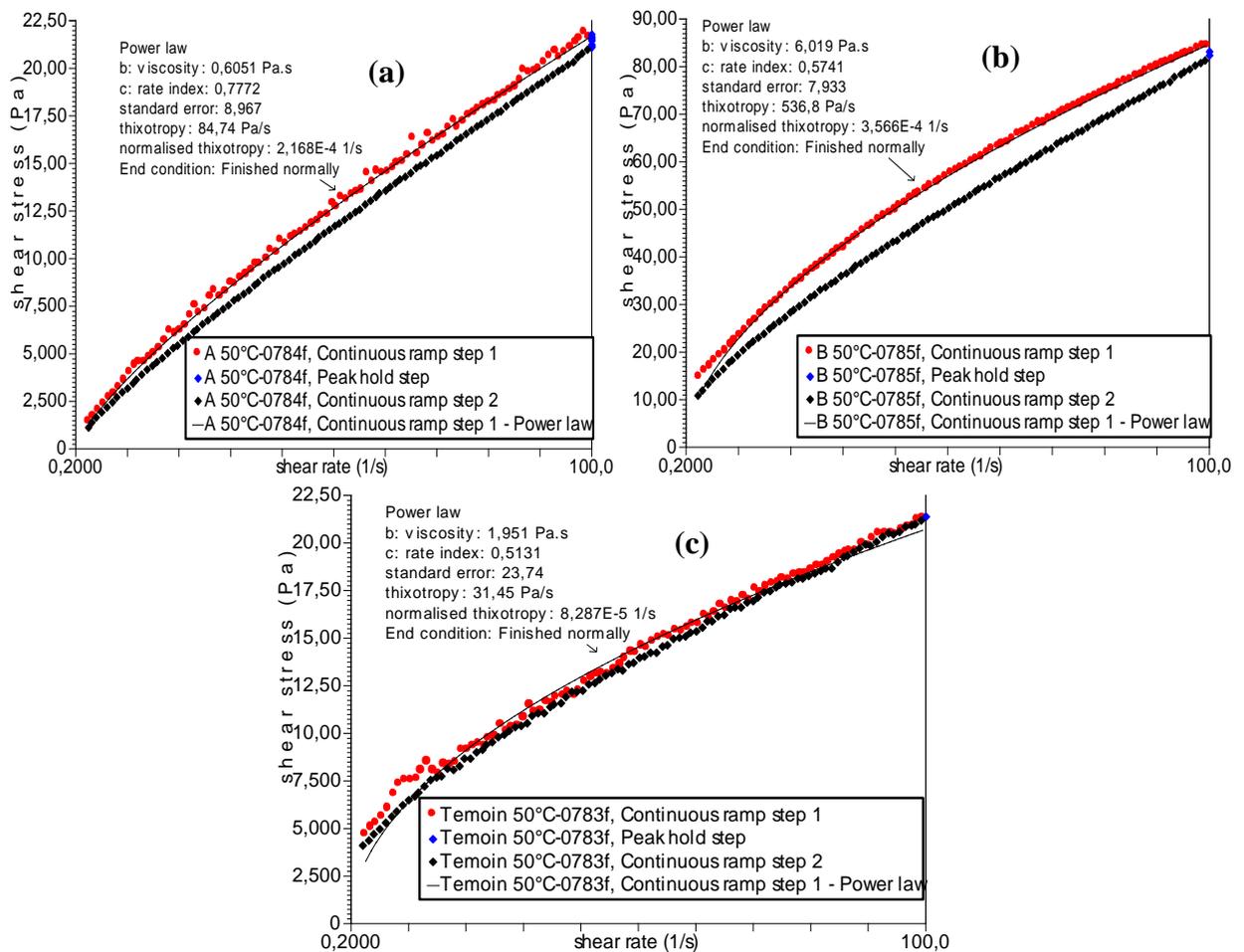


Figure 25 : Rhéogramme des gelées A (a), B (b) et témoin (c), selon le modèle d'Ostwald.

Sur le rhéogramme (Fig. 25) on constate une diminution de la viscosité avec une augmentation de la contrainte appliquée à la gelée. La valeur du paramètre d'écoulement n

du modèle d'Ostwald est inférieur à 1. Cela montre que la gelée a un comportement d'un fluide rhéofluidifiant.

Tableau 30 : Les caractéristiques du modèle d'Ostwald.

Echantillon	Modèle d'Ostwald		
	Paramètre d'écoulement n	Thixotropie (Pa/s)	Erreur standard
Gelée A	0.77	84.74	8.96
Gelée B	0.57	536.8	7.93
Gelée témoin	0.51	31.45	23.74

Le modèle d'Ostwald décrit bien le comportement de la gelée B, cela peut être expliqué par la forme, la nature et la concentration des sucres de la PDS (Saccharose + fructose + glucose).

La stabilisation des zones de jonction par les interactions hydrophobes dépend de la concentration en sucre (63° Brix minimum) et de la géométrie moléculaire des sucres. Il a été démontré que le saccharose augmente les interactions hydrophobes.

D'une manière générale, les sucres vont influencer la température de gélification et la force du gel. Des sucres de haut poids moléculaire vont augmenter la température de gélification alors que les monosaccharides vont plutôt l'abaisser, par rapport au saccharose.

Ce sont probablement les interactions entre les particules de sucre et de la pectine additionnée, le poids moléculaire et la présence du Ca^{++} qui sont responsables du comportement viscoélastique et thixotrope de la gelée.

Les fluides viscoélastiques peuvent se comporter comme des fluides visqueux ou comme des solides en fonction du temps d'application d'une contrainte. Si ce temps est inférieur au temps caractéristique d'écoulement du fluide, la structure interne n'a pas le temps d'être fortement modifiée et la réponse du matériau est élastique, comme un solide. En revanche, si le temps d'application d'une contrainte est supérieur au temps caractéristique du matériau, la réponse sera visqueuse et le matériau se comportera comme un fluide.

V.5. Evaluation sensorielles de sirop de datte

Les bulletins d'appréciations des 20 dégustateurs pour les critères suivants : l'intensité de l'odeur, saveur sucré, saveur acide, saveur amer, gout fruité sont présentés en (**annexe n°3**).

Les résultats de test de Friedman pour les différents sirops de datte sont regroupés dans les tableaux 31 et 32.

Tableau 31 : Classement des différents sirops selon la somme des rangs.

critères	Odeur	Saveur sucré	Saveur acide	Saveur amer	Gout fruité
A	1	1	1	4	1
B	2	2	2	3	2
C	3	3	3	2	4
D	4	4	4	1	5
E	5	5	5	5	3

D'après le classement des sommes des rangs, le sirop A est le plus sucré avec une saveur acide et une odeur agréable. Le gout fruité est plus prononcé avec les sirops A et B.

Tableau 32 : Résultats de test de Friedman.

Critères	F_c	F_t à 5 %	Interprétation
l'intensité de l'odeur	27.15	9.49	$F_c > F_t$: il y'a une différence significative entre les différentes concentrations de sirop de datte
saveur sucré	14.05	9.49	$F_c > F_t$: il y'a une différence significative entre les différentes concentrations de sirop de datte
saveur acide	14.07	9.49	$F_c > F_t$: il y'a une différence significative entre les différentes concentrations de sirop de datte
saveur amer	1.33	9.49	$F_c < F_t$: il n'y pas une différence significative entre les différentes concentrations de sirop de datte
gout fruité	61.13	9.49	$F_c > F_t$: il y'a une différence significative entre les différentes concentrations de sirop de datte

Conclusion générale

Conclusion générale

La composition chimique de la poudre de datte sèche de la variété Mech Degla est riche en sucres (75.47%), minéraux (k : 517.35 mg/100g et Na : 79.35 mg/100g) et fibres (3.66 %). Le jus brut qui a été extrait à partir de la poudre de datte est légèrement acide (0.64%), riche en fraction glucidique (12 °Brix) et minérale, mais trouble (888 NTU), ce qui nous a conduits à le clarifier.

Après acidification, les sucres simples, les éléments minéraux et les acides aminés libres solubles restent en solution. Une partie des polysaccharides et des fibres insolubles ont été précipité comme en témoigne la réduction de la turbidité du jus brut acidifié (400 NTU).

Les résultats de la clarification ont montré :

- Une réduction de la turbidité du jus de datte clarifié par la gélatine et les tanins. Au cours de cette clarification, un effet synergique a été remarqué entre l'action de la gélatine et celle des tanins; il s'est traduit par une diminution plus importante de la turbidité (26.3 NTU). L'effet conjugué du mélange gélatine+tanin est donc plus efficace que l'un ou l'autre de ces deux clarifiants utilisé seul (113 NTU pour la gélatine et 97 NTU pour les tanins). Cette efficacité est illustrée par un abattement 1.5 fois plus important que celui observé pour le jus clarifié par la gélatine seul (87.27% contre 89.07% pour les tanins).
- La bentonite est plus efficace pour la clarification du jus de datte, avec une concentration micellaire critique de 1% avec une turbidité de 7.01 NTU.
- La concentration micellaire critique est de : 0.02 ; 0.16 ; 0.05 ; 1 et 0.6 % pour la gélatine, les tanins, le mélange gélatine+tanin, le kieselguhr et le mélange kieselguhr + bentonite successivement.

L'étude rhéologique montre que :

- La gelée témoin à un comportement d'une suspension diluée qui s'adapte mieux avec le modèle de Casson.
- La gelée de datte à un comportement rhéofluidifiant mais aussi thixotrope. Ce comportement à été analysé par une loi en puissance de type modèle d'Ostwald.
- La variation de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement montre que les gelées étudiées sont thixotropes : le cisaillement provoque une rupture réversible de la gelée.

- Les interactions entre les particules de sucre de datte et de la pectine additionnée, son poids moléculaire et la présence du Ca^{++} sont responsables du comportement viscoélastique et thixotrope de la gelée.

Le test de Friedman montre une différence significative entre les différents sirops analysés du point de vue odeur, saveur sucré, saveur acide et gout fruité.

L'analyse sensorielle montre que le sirop le moins concentré est le plus apprécié du point de vue sucrosité, saveur acide et odeur avec un gout fruité plus prononcé.

A l'issue de cette étude portant sur l'extraction du jus à partir de la poudre de dattes «MechDegla », l'optimisation de la clarification du jus par les divers agents clarifiants, préparation du sirop concentré et fabrication de deux types de gelées, nous proposerions certaines perspectives permettant d'améliorer davantage cette étude et mettre en place cette étude à l'échelle industrielle.

A cet effet, nous souhaiterions de :

- Répertorier les zones géographique de la production des dattes sèches ;
- Sensibiliser les pouvoirs publics, promoteurs des politiques industrielles et commerciales, pour orienter les actions des administrations et des structures publiques d'appui pour renforcer les entreprises de la branche ;
- Mettre en place un plan d'expérience pour mieux optimiser la clarification ;
- Mettre au point plusieurs formulations de jus de dattes clarifiés dans divers emballages ;
- Mettre au point plusieurs formulations de gelées dans divers emballages.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Abed H., Khechekhouche A., 2008 : Contribution aux essais de formulation d'un dessert lactée à base de poudre de dattes Mech-Degla. Mémoire d'ingénieur. Université de Boumerdes.

Abou Zied A.A., Baghlef A.O., 1983 .Utilization of date seeds and cheese whey in production of citric acid by *Candida lipolytica*, Agric. Wastes 8 (131–142).

Accouréne S., 1997.Caractérisation, évaluation de la qualité de la datte et identification des cultivars rares de palmier dattier de la région des Zibans, recherche Agronomique, Ed, INRAA, pp19-39.

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

Ait Ameer L., 2001. Analyse du processus diffusion des sucres, Mech-Degla/jus de citron. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.

Ait Mouffok M., Chabane Y., 2007. Formulation de deux coolers à base de mouts clarifiés et sirop de sucre, mout clarifiés et jus de pomme. Mémoire d'ingénieur. Université Boumerdes.

Albert L., 1998. La santé par les fruits, Ed : VEECH, pp44-74.

AL Farsi M.AL sara .CAL Arym AL Rwahyf,2007.Compositional and functional characteristics of dates syrups and their byproducts founrol of food chemistery.Vol 104 PP 943-947.

Al Obaidi Z.S., Berry D.R. Saling up of citricacid fermentation using fermenters, Date Palm 2 (1982) 19–33.

Al-Shaib W., 2003. The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? International Journal of food sciences and nutrition.54, pp247-259.

Anonyme., 2002. Statistiques agricoles superficies et production. Ministère d'agriculture et développement rural Série, 5-6.

Amelle. 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.

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

Bannach W., 1984. Food gélatine in beverage industries an important help in juice and wine fining. Confructa stud .28 :198-206.

Barreveled H., 1996. Etude de la composition chimique des dattes à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmiers, pp667-678.

Benamara S., 2004.Essai de formulation d'un yaourt naturel aux dattes.Industries Alimentaires et Agricoles IAA. Actualités techniques et scientifiques, N° ½ mensuel, pp11-14.

Benchabane A., 1993.Technologie et qualité de la datte .Option méditerranéens : série A. Séminaire méditerranées, N°28, pp 209-214.

Benchabane A., 1996.Rapport de synthèse de l'atelier technologie et qualité de la datte In option méditerranéennes, série A N°28 séminaires méditerranéennes, Ed, IAM Zarzaga Spain, pp205-210.

Benbarek S., DeboubI., 2015.Valorisations des sous-produits du palmier dattiers et leurs utilisations, Mémoire de master Académiques, Université El –Chahid- Hamma Lakhdar, El –Oued.

Boudhrioua N., 2004.Etude de la migration de l'eau et de chlorure de sodium dans des gels alimentaires « Influences de la composition du gel et de procédés appliqué, thèse de doctorat INSIA ».

Boukhiar A, 2009.Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation .Mémoire de magister. Université de Boumerdes.

Boutaida N., 2004.Etude de la composition biochimique de la variété sèche "Mech-Degla" Mémoire de l'ingénieur. Université de Batna.

Boutrik Y. ; Yahiaoui Z. ; 2010. Etude des paramètres rhéologiques des poudre et pastilles des dattes issues de la variété « Mech-Degla » .Mémoire de master. Université de Boumerdes.

Bouzonville A et Prin. ,2004.La fabrication de confiture des fruits rouges, projet de génie des procédés, ENSI BOURGE.

Buelguedj M. ,2001.Caractéristique des cultivars de dattes dans les palmerais du Sud –Est Algérienne, Revue annuelle, N°11, INRAA. El-Harrach, Alger.

Buelguedj M., 2002.Caractéristiques des cultivars de dattiers dans les palmeraies Sud- Est Algériens. Ed. Dossier– Document - Débat, pp289.

Chabane., 2007.Formulation de deux coolers à base de mouts clarifiés et sirop de sucre, mout clarifiés et jus de pomme. Mémoire d’ingénieur. Université de Boumerdes.

Cheftel J., Chefetl H., Besancon P., 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments Volume1, ère édition, pp183-187.

Cheftel. ,1997.Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments Vol, I 4^{ème} Ed Tech et doc Lavoisier, Paris, pp367.

Djerbi M., 1994.Précis de Phoeniculture. FAO, pp192.

Djouab A, 2007.Préparation et incorporation dans la margarine d’extrait de dattes des variétés sèches. Mémoire de magister. Université de Boumerdes.

Dik T., 1994. Rheological behaviour of bentonite-Apple juice dispersions. Food Eng 19 :55-58.

Donato I., 2004.Gélification et séparation de phases dans les mélanges protéines globulaires pectines faiblement méthylées selon les conditions ioniques. Thèse de doctorat. Université de Boumerdes.

Elisabeth Vierling., 1998.Aliments et boissons filière et produits. Technologie et aspects réglementaires Sciences des aliments ,2^{ème} éditions.

Estanove P., 1990. Note technique : Valorisation de la datte. In Options méditerranéennes, Série A, N°11. Systèmes agricoles oasiens. Ed. CIHEAM. pp 301-318.

Espiard, E., 2002.Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Tech et Doc-Lavoisier, pp.147-155.

Favier A., 1993C.urrent aspect about the role of zinc in nutrition. Revue Pratique, pp43, 146,151.

- Guenoun S, Rachedi S, 2010.** Etude de processus d'immersion des dattes sèches de la variété Mech-Degla sans des solutions modèles. Mémoire d'ingénieur. Université de boumerdes.
- Guo, B.; Zou, Q.; Lei, Y.; Du, M. ; Jia, D 2008.** Crystallization behaviour of PA6: Halloysite nanotubes nanocomposites.Vol.484.
- Hadarah, A., 2013.**L'influence des cultivars sur les propriétés de la libanaises. Université libanaise (Ecole doctorale des sciences et technologie) Et Université de lorraine(France).
- Haubrich H., 1992.**Frining agents and their effects on the treatment of fruit juice and wine flissige.59pp, 462-466.
- Henk J., Zwir E et Rik L., 2003.**Caroténoïdes et flavonoïdes contre le stress oxydatif. Aromes Ingrédients additifs, pp42-4.
- 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. Mémoire de master. Université de boumerdes.
- Kendri S., 1999.**Caractéristiques biochimiques de la biomasse "Saccharomyces cerevisiae" Produite à partir des dattes"Variété Ghars ".Mémoire d'Ingénieur. Département D'agronomie. Université de Batna, pp51.
- Kicher., 2016.**Valorisation des sous-produits de la caroube ceratonia siliqua. Mémoire de fin d'étude Université A. Mira-Bejaia.
- Lea.A.G.H, 1995.**Apple juice In: Production and Packing of non carbonated Fruit Juices and Fruit Beverages .Hicks.D.Ed .Van Nostrand Reinhold .New York, USA, pp153-196.
- Maatallah S., 1970.** Contribution à la valorisation de la datte algérienne. Mémoire D'Ingénieur. Institut National d'Agonomie. El-Harrach, pp77 p.
- Mansouri A., 2005:** Polyphénols: Food source and bioavaibility. Journal American of Clinical Nutrition, pp5, 79,727,747.
- Messaid B.H., 2008.**Optimisation du processus d'immersion Rhéologique du système. Datte sèche-jus d'orange .Mémoire de magister. Université de Boumerdes.

Meyer JA., Rodriguez JL., 1928.An epizootiological study of Entomophthora proteines. pp769-773.

Miche JC., Allal et Robert M.1990.Conservation des fruits à petit échelles CTA-H2O.

Bouzonville A et Prin.2004.la fabrication de confiture des fruits rouges. Génie des procédés INSI.Bourge.

Multon JL Collections., 1980.Collections et Science agroalimentaire, additifs et auxiliaires dans la fabrication dans les industries agro-alimentaire.

Munier P., 1973. Le palmier dattier. Ed. MAISONNEUVE, Paris, 221.

Noui Y, 2007.Caractérisation physicochimique 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.

Pascal Sani–Manchado-Veronique-Cheynier Lavoisier.2006., Les polyphénols en agro-alimentaire.

Ribereau.J.,Gayon.E., Peynaud.,P.,Ribereau., Gayon.,SudraudP.,1977.Traité d'œnologie science et technique du Vin, Tome 4.

Ringland., Eschenbruch., 1983 : Monica A. F 1999.Clarification du jus de pomme par electroflottation. Mémoire grade de maitre, Université de Laval.

Salgues., 1983.Traité d'œnologie Sciences et technique du vin. Ribereau Gayon Tome 4.

Sibert K., 1993.Effects of protein-polyphénol interactions on beverage haze, stabilization and analysis. J. Agric. Food Chem.47, pp353-362.

Siboubkeur O., 1997.Qualité nutritionnelle hygiéniques et organoleptiques du jus des dattes. Thèse de magistere.INA.EL-Harrach.

Stocké.R., 1998.The 3 component stabilisation with bentonite, gelatin and silica sol.Fruit Process1, pp1-10.

Technique d'ingénieur, 2001.Référence 20897.

Tifourat A., Ouha I., 2016.Essai de panification avec incorporation de la farine de datte "Mech-Degla".mémoire de master. Université de boumerdes.

Tortora G, L., Anagnostakos N.P., (1987). Principe d'anatomie et de physiologie .5^{ème} éditions pp688 -693.

Touzi A., 1997 : Production d'éthanol à partir des déchets de datte. Recherche Agroalimentaire N°1, pp53-58.

Van Burn.J.P.1989. Causes et prevention of turbidity in apple Products. Downing.D. L. Ed. Van No strand Reinhold, New York, USA, pp97-120.

Vilkas., 1992. Vitamine Ed. Hermann, pp158.

Yahiaoui K 1998 : Caractérisation physicochimique et l'évaluation du brunissement de la datte Deglet-Nour au cours de la maturation .Thèse de Magister.INA.El-Harrach Alger, pp103.

Annexes

Annexe-1-

I. Les courbes d'étalonnage

I.1. Les éléments minéraux

Tableau1 : la gamme étalon de Potassium (k).

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

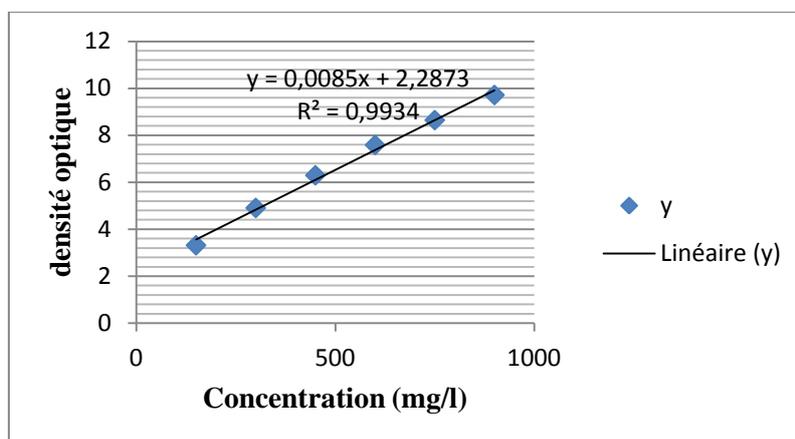


Figure 1 : courbe d'étalonnage de KCl.

Tableau2 : la gamme étalon de Sodium 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

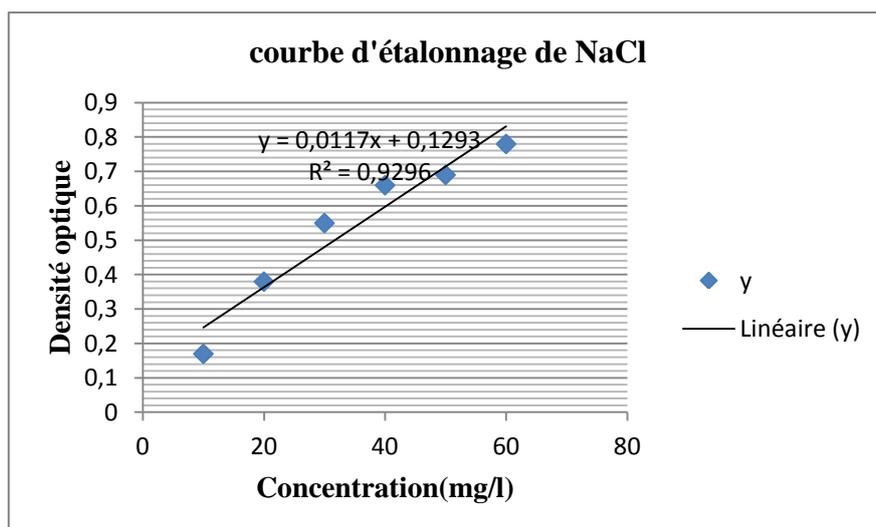


Figure 2 : Courbe d'étalonnage de NaCl.

➤ **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)]

I.2. Les sucres totaux

Tableau 3: 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

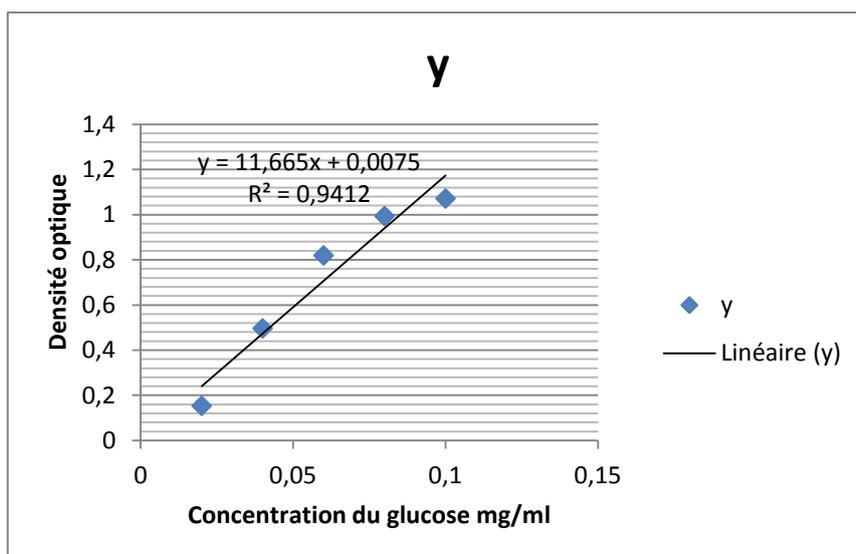


Figure 3 : Courbe d'étalonnage de glucose à 0,01gr.

➤ **Conversion de mg/l en mg/kg :**

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

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 $(\text{mg} / \text{l}) / (\text{kg} / \text{l})$ donne une valeur en mg / kg.

Annexe-2

II. Préparation des réactifs utilisée de H M F

-**Solution Carrez I** : Dissoudre 15gr d'hexacyanoferrate de potassium (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ dans l'eau distillée à 100ml.

-**Solution Carrez II** : Dissoudre 30gr d'acétate de zinc dans l'eau distillée, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ et compléter à 100ml.

- **Solution de bisulfite de sodium 0.2 gr/100gr** : Dissoudre 0.2gr de $NaHSO_3$, (ou métabisulfite $Na_2S_2O_5$) dans l'eau distillée et diluer à 100 ml Préparer une solution fraîche quotidiennement (effet optimale dure 1 heure).

Annexe-3-

III. Évaluation sensorielles des sirops de datte

Exemple d'un bulletin de dégustation des différents sirops de datte.

Nom et prénom : IGASLIHANE FAIZA

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	1	2	3	4	5
Saveur sucrée	1	2	3	4	5
Saveur acide	1	2	3	4	5
Saveur amer	5	4	3	2	1
Gout fruité	1	2	3	4	5

Nom et prénom : Chahel Aissa

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	2	3	4	2	2
Saveur sucrée	2	3	4	4	2
Saveur acide	2	3	4	5	4
Saveur amer	4	2	1	2	4
Gout fruité	2	3	3	4	2

Nom et prénom : SJEZIE MOUAD

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	(2)	(1)	(2)	(2)	(2)
Saveur sucrée	1	2	5	4	4
Saveur acide	1	1	5	3	2
Saveur amer	4	4	1	2	2
Gout fruité	2	2	5	4	5

Nom et prénom : *Chaïb Lamia*

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	5	4	4	4	4
Saveur sucré	3	5	3	2	2
Saveur acide	1	3	2	5	5
Saveur amer	5	3	2	2	3
Gout fruité	1	1	1	1	1

Nom et prénom : *DAHMANI YASMINA*

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	1	1	2	2	2
Saveur sucré	1	1	2	2	2
Saveur acide	2	3	3,5	4	4
Saveur amer	1	2	2	2	2
Gout fruité	1	1	1	2	2

Nom et prénom : *Mouheeb Nawel*

Produits	A	B	C	D	E
Caractéristiques					
L'intensité de l'odeur	2	2	4	5	5
Saveur sucré	5	5	3	2	2
Saveur acide	1	3	2	5	5
Saveur amer	5	3	2	2	4
Gout fruité	1	1	1	1	1

Tableau 4 : Résultats de test de dégustation des différents sirops de datte (odeur).

Nombre de sujet	A	B	C	D	E
1	5	4	3	2	1
2	5	4	3	2	1
3	4,5	2,5	2,5	4,5	1
4	5	3,5	3,5	1,5	1,5
5	1	3,5	3,5	3,5	3,5
6	5	4	3	2	1
7	5	4	3	2	1
8	5	4	3	2	1
9	4,5	4,5	3	2	1
10	5	4	3	2	1
11	3	3	3	3	3
12	4,5	4,5	3	1,5	1,5
13	1,5	1,5	3,5	3,5	5
14	2	4,5	4,5	2	2
15	5	2,5	2,5	2,5	2,5
16	4	4	4	2	1
17	5	3	3	3	1
18	4,5	4,5	2	2	2
19	4	2	1	4	4
20	4,5	4,5	3	1,5	1,5
somme des Rangs	83	72	60	48,5	36,5
Classement	1	2	3	4	5
R ²	6889	5184	3600	2352	1332

Tableau 5 : Résultats de test de dégustation des différents sirops de datte (Saveur sucré).

Nombre de sujet	A	B	C	D	E
1	5	4	3	2	1
2	5	4	3	2	1
3	4	1,5	4	4	1,5
4	5	3	3	1	3
5	2,5	1	2,5	4,5	4,5
6	3,5	3,5	2,5	2,5	1
7	5	4	3	2	1
8	4	2,5	5	1	2,5
9	4	4	4	1,5	1,5
10	4	4	3	2	1
11	4,5	4,5	3	1,5	1,5
12	1,5	1,5	3	4,5	4,5
13	3,5	3,5	1	3,5	3,5
14	5	4	1	2,5	1,5
15	4	4	1,5	4	2,5
16	4	4	4	1,5	1,5
17	4	4	4	1,5	1,5
18	4,5	4,5	2	2	2
19	4,5	3	1,5	1,5	4,5
20	4,5	4,5	3	1,5	1,5
somme des Rangs	82	69	57	46,5	42,5
Classement	1	2	3	4	5
R ²	6724	4761	3249	2162,3	1806

Tableau 6 : Résultats de test de dégustation des différents sirops de datte (Saveur acide).

Nombre de sujet	A	B	C	D	E
1	5	4	2	3	1
2	4	1	3	2	5
3	2,5	2,5	2,5	5	2,5
4	3	5	3	3	1
5	5	3	4	1,5	1,5
6	2	4	1	4	4
7	5	4	3	2	1
8	5	2	4	2	2
9	2,5	2,5	1	4,5	4,5
10	5	1	4	3	2
11	5	3,5	3,5	1,5	1,5
12	5	3	4	1,5	1,5
13	1	2	3	4	5
14	4,5	4,5	1	2	3
15	5	4	2	3	1
16	3,5	3,5	3,5	1	3,5
17	4	1,5	4	4	1,5
18	5	4	2	2	2
19	5	4	2,5	1	2,5
20	4,5	4,5	3	2	1
somme des Rangs	81,5	63,5	56	52	47
Classement	1	2	3	4	5
R ²	6642	4032	3136	2704	2209

Tableau 7: Résultats de test de dégustation des différents sirops de datte (Saveur amer).

Nombre de sujet	A	B	C	D	E
1	5	3	4	1	2
2	5	4	2	3	1
3	2,5	2,5	2,5	5	2,5
4	5	3,5	3,5	1,5	1,5
5	1	2,5	4,5	4,5	2,5
6	4	5	2	3	1
7	1	2	3	4	5
8	2	2	4,5	4,5	2
9	4,5	3	2	4,5	1
10	5	4	1	3	2
11	3	3	3	3	3
12	1	3	4	2	5
13	3	3	3	3	3
14	1,5	1,5	5	3,5	3,5
15	1	5	3	3	3
16	3	3	3	3	3
17	2,5	2,5	2,5	2,5	5
18	5	2,5	2,5	2,5	2,5
19	1,5	4	4	4	1,5
20	1	2	3	4,5	4,5
somme des Rangs	57,5	61	62	65	54,5
Classement	4	3	2	1	5
R ²	3306	3721	3844	4225	2970,3

Tableau 8: Résultats de test de dégustation des différents sirops de datte (Gout fruité).

Nombre de sujet	A	B	C	D	E
1	5	4	3	2	1
2	5	3	4	2	1
3	4	4	4	2	1
4	5	3,5	3,5	2	1
5	3	3	3	3	3
6	1	2	3	4	5
7	5	4	3	2	1
8	4	4	4	1	21
9	5	4	3	2	4
10	5	3	2	1	3
11	3	3	3	3	3
12	3	3	3	3	3
13	4,5	4,5	1	2	1,5
14	4,5	4,5	1,5	3	
15	4,5	4,5	3	1,5	1,5
16	4,5	4,5	3	2	1
17	4	4	4	1,5	1,5
18	4	4	4	2	1
19	4,5	2,5	2,5	1	4,5
20	3	3	3	3	3
somme des Rangs	81,5	72	60,5	43	61
Classement	1	2	4	5	3
R ²	6642	5184	3660	1849	3721