

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département des Sciences Agronomiques



Mémoire de fin cycle

En vue de l'obtention de diplôme de Master en Sciences Alimentaire
Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité

Thème

**Etude des conservateurs et édulcorants
et analyse sensorielle de trois marques
de jus de fruits, nectars et boissons
commercialisés.**

Réalisé par :

Mlle KOUI KATHIA

Mlle LAMRI YASMINE

Et dirigé par :

Promoteur : Mr AMIR Y. Professeur à L'UMMTO.

Devant le jury composé de :

Président : Mr SADOUDI R. Maître de conf. A à L'UMMTO.

Examineurs :

Mr BENGANA M. Maître de conf. B à L'UMMTO.

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Nous rendons grâce à Dieu le tout puissant pour le courage et la patience qu'il nous a accordé pour mener à bien notre travail.

*Nous tenons à adresser nos vifs remerciements à notre promoteur **Mr AMIR Y.** pour son entière disponibilité, son aide, les conseils et les connaissances qu'il n'a cessé de nous prodiguer toute au long de notre travail.*

*Nos remerciements s'adressent également aux membres de jury : **Mr SADOUDI R.** de nous avoir fait l'honneur de présider le jury et **Mr BENGANA M.** pour nous avoir fait l'honneur d'accepter l'évaluation de ce travail.*

Que tous les participants de la séance d'évaluation sensorielle trouvent ici, l'expression de notre sincère gratitude pour leur disponibilité et leur coopération.

*On exprime toute notre gratitude aux enseignants du département d'agronomie de l'université **U.M.M.T.O** pour leur sérieux et abnégation durant tout le cursus.*

Nous remercions tous se qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

A l'aide de DIEU, le tout puissant que ce travail est achevé,

Je le dédie à toutes personnes que j'aime,

A mon père et à ma mère :

L'honneur de ce travail revient à mes très chers parents pour leur affection, leur sacrifices et encouragements pendant ma formation et que dieu les protège et les garde en bonne santé.

A mon frère Arezki

A mes sœurs Yasmine et Lyna

A ma collègue Yasmine

A tous mes amis (e)

A tous les enseignants qui n'ont suivies au long de mon cursus universitaires.

A tous ceux qui n'ont aidé et contribué à ma formation.

A toutes les personnes qui m'ont vraiment soutenue et aidé de prêt et de loin ; vous êtes une source de force pour moi.

A toute la promotion Agroalimentaire et Contrôle de Qualité (2019-2020).

Kathia



Dédicace

A l'aide de DIEU, le tout puissant que ce travail est achevé,

Je le dédie à toutes personnes qu'on aime

A mon père et à ma mère :

L'honneur de ce travail revient à mes très chers parents pour leur affection, leur sacrifices et encouragements pendant ma formation et que dieu les protège et les garde en bonne santé.

A mon frère abdou

A ma sœur fella et ma nièce Eline

A mon mari Mohemmed

A ma belle famille

A ma collègue kathia

A tous mes amis (e)

A tous les enseignants qui m'ont suivies au long de mon cursus universitaires.

A tous ceux qui m'ont aidé et contribué à ma formation.

A toutes les personnes qui m'ont vraiment soutenue et aidé de prêt et de loin ; vous êtes une source de force pour moi.

A toute la promotion Agroalimentaire et contrôle de qualité (2019-2020).

Yasmine



Liste des abréviations

ACE K: Acésulfame K

ADN : Acide Désoxyribonucléique

AFNOR : Association Française De Normalisation

AFSSA : Agence Française De Sécurité Sanitaire

ATP : Adénosine Triphosphate

°C : Degré Celsius

Cal : Calorie

CE: Comite Européen

CEE: Centrel And Eastern Europe

CLHP : Chromatographie Liquide Haute Performance

CSAH : Comité Scientifique de l'Alimentation Humaine

Co2 : Dioxyde De Carbone

DES: Dose Sans Effet

DJA : Dose Journalière Acceptable Ou Admissible

ED : Eau Distillée

EFSA: Autorité Européenne De Sécurité Des Aliments

FAO: Food Agricultural Organization

FDA: Food and Drugs Administration

FEMA: Federal Emergency Management Agency

G : Gramme

Hcl : Acide Chlorhydrique

H2O : Molécule D'Eau

KJ : Kilojoule

KJ cal : Kilojoule Calorie

L : Litre

LMR : Limite Maximale De Résidus

M : Masse Molaire

Mg : Milligramme

Min : Minute

ML : Millilitre

Mmol : Milimole

N : Newton

NADH : Nicotinamide Adénine Dinucleotide Réduit

NAS: Edulcorant Artificiel Non Calorique

NGCAA : Norme Générale Codex Pour Les Additifs Alimentaires

Nm : Nanomètre

NS : Non Sélectionné

OMS : Organisation Mondiale De La Sante

PM : Poids Moléculaire

SCF: Scientific Committee for Food

SIN: System International De Numeration

UE : Union Européenne

Ug : Microgramme

UV : Ultraviolet

V : Volume

V Ech : Volume Del Echantillon

% : Pourcentage

Liste des figures

Figure N°1 : Les catégories d'additifs alimentaires selon leurs fonctions.....	7
Figure N°2 : Schéma réactionnel d'oxydation du toluène en présence de catalyseur.....	15
Figure N°3 : Schéma réactionnel de catalyse de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium.....	15
Figure N°4 : Schéma réactionnel de l'hydrolyse du benzonitrile.....	16
Figure N°5 : Schéma réactionnel de l'obtention de l'acide benzoïque par réactif de Grignard.....	16
Figure N°6 : Schéma réactionnel induisant la production Benzoate de sodium	17
Figure N°7 : Schéma réactionnel induisant la production de Benzoate de potassium	17
Figure N°8 : Schéma réactionnel induisant la production de Benzoate de calcium.....	18
Figure N°9 : Schéma réactionnel de la production d'acide citrique par voie fermentaire par <i>Aspergillus niger</i>	24
Figure N°10 : Réaction de la citrate synthese	25
Figure N°11 : Réaction de synthèse d'acide sorbique à partir du crotonaldéhyde.....	31
Figure N°12 : Reaction de synthèse du sorbate de sodium par le sodium bisulfite.....	31
Figure N°13 : Réaction de synthèse du sorbate de potassium par le potassium bisulfite.....	32
Figure N°14 : Reaction de synthèse du sorbate de calcium par le calcium bisulfite.....	32
Figure N°15 : Structure générale de dicétopipérazine.....	38
Figure N°16 : schéma explicatif des voies de synthèse de l'aspartame : voie chimique et enzymatique.....	40
Figure N°17 : schéma explicatif de la synthèse biotechnologique.....	41
Figure N°18 : schéma explicatif de la synthèse de l'acésulfame.....	46
Figure N°19 : Résultats du pH des boissons et jus analysés.....	64.
Figure N° 20 : Résultats de l'analyse sensorielle pour la couleur.....	65
Figure N° 21 : Résultats de l'analyse sensorielle pour la consistance.....	66
Figure N°22 : Résultats de l'analyse sensorielle pour l'odeur.....	67
Figure N°23 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le goût.....	68

Figure N°24 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le goût (Acidité).....	69
Figure N° 25 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le gout (Sucré).....	70
Figure N° 26: Résultats de l'analyse sensorielle pour la pulposité.....	71
Figure N°27 : Résultats de l'analyse sensorielle pour l'amertume.....	72
Figure N°28 : Résultats de l'analyse sensorielle pour les préférences.....	73

Liste des tableaux

Tableau I : Numérotation des catégories d'additifs alimentaires selon leur fonctions.....	4
Tableau II : Classification des additifs alimentaires selon le Journal officiel de l'Union européen.....	5
Tableau III : Structure et propriétés physicochimique de l'acide benzoïque et ses sels.....	12
Tableau IV : DJA de l'acide benzoïque et ses sels et champ d'utilisation.....	19
Tableau V : structure et propriétés physico-chimique de l'acide citrique.....	22
Tableau VI : Structure Et Propriétés Physicochimiques De L'Acide Sorbique et Ses Sels...	29
Tableau VII : Structure et propriétés physico-chimiques de l'aspartame.....	37
Tableau VIII : limites maximal de l'aspartame selon Codex Alimentarius.....	41
Tableau IX : Structure et propriétés physico-chimiques de l'acésulfame K.....	45
Tableau X : limites maximal de l'acésulfame selon Codex Alimentarius.....	47
Tableau XI : les coefficients des acides (AFNOR ,1986).....	50
Tableau XII : Information nutritionnelles pour 100 ml du Fanta orange.....	58
Tableau XIII : Information nutritionnelles pour 100 ml du Sprite.....	59
Tableau XIV : Information nutritionnelles pour 100 ml du coca cola zéro.....	60
Tableau XV : Informations nutritionnelles pour 100ml de Tazej orange.....	61
Tableau XVI : Informations nutritionnelles pour 100ml de Ramy light orange.....	62
Tableau XVII : Informations nutritionnelles pour 100ml du Candia nectar de grenade.....	62

Liste des abréviations**Liste des figures****Liste des tableaux****Intruduction** 1**Partie théorique****Chapitre I : Généralités sur les additifs alimentaires**

I-1- Historique 3

I-2- Définition 3

I-3- Système de numérotation 4

I-4- La classification..... 5

Chapitre II : Les conservateurs

I-5- Intérêt 7

II-1- Introduction..... 10

II-2- L'acide benzoïque et les benzoates..... 11

II-2-1- Généralités 11

II-2-2- Utilisation de l'acide benzoïque..... 11

II-2-3- Structure et propriétés physicochimiques 12

II-2-4- Source de l'acide benzoïque 13

II-2-4-1- Historique..... 13

II-2-4-2- Production industrielle de l'acide benzoïque..... 15

II-2-5- Les benzoates 16

II-2-6- Règlementations portant sur l'utilisation de l'acide benzoïque et ses sels 18

II-2-7- Toxicités..... 19

II-3- L'acide Citrique 20

II-3-1- Généralités 20

II-3-2- Utilisation de l'acide citrique..... 21

II-3-3- Structure et propriétés physicochimiques 22

II-3-4- Source de l'acide citrique..... 23

II-3-4-1 Historique 23

II-3-4-2- Le Cycle de Krebs..... 25

II-3-5- Règlementations portant sur l'utilisation de l'acide citrique 25

II-3-6- Toxicité 26

II-4- L'acide sorbique et sorbates..... 27

II-4-1- Généralités	27
II-4-2- Utilisation de l'acide sorbique	27
II-4-3- Structure et propriétés physicochimiques	28
II-4-4- Source de l'acide sorbique	30
II-4-4-1- Historique.....	30
II-4-4-2- Synthèses chimique de l'acide sorbique	30
II-4-5- Les sorbates.....	31
II-4-6- Règlementations portant sur l'utilisation de l'acide sorbique et ses sels.....	33
II-4-7- Toxicités.....	33

Chapitre III : Les édulcorants

III-1- Introduction	35
III-2- L'aspartame	35
III-2-1-Généralité.....	35
III-2-2- Utilisation de l'aspartame	36
III-2-3- Structure et propriétés physico-chimiques	36
III-2-4- Source de l'aspartame.....	38
III-4-1- Historique.....	38
III-4-2- Synthèse de l'aspartame	40
III-2-5- Règlementations portant sur l'utilisation de l'aspartame et Dose journalière admissible DJA.....	41
III-2-6- Toxicités	42
III-3- L'acésulfame K.....	43
III-3-1- Généralités	43
III-3-2- Utilisation de l'acésulfame K	43
III-3-3- Structure et propriété physico-chimiques	44
III-4-2- Synthèse de l'acésulfame.....	46
III-3-5- Règlementations portant sur l'utilisation de l'acésulfame K et dose journalière admissible DJA.....	46
III-3-6- Toxicité.....	47

Chapitre IV : Analyses physico-chimiques

IV-1- Introduction	48
IV-2- Détermination du degré Brix (AFNOR, 1986).....	48
IV-3- L'acidité titrable (AFNOR, 1986)	49
IV-4- Dosage de l'acide benzoïque et ses sels	50

IV-5- Dosage de l'acide citrique	53
IV-6- Dosage de l'acide sorbique et sorbates.....	54
IV-7- Méthodes d'analyses de l'aspartame.....	55

Partie expérimentale

Chapitre V: Matériels et méthodes

V-1- Objectif du travail	58
V-2- Présentation des produits	58
V-2-1- Fanta orange.....	58
V-2-2- Sprite.....	59
V-2-3- Coca Zéro.....	59
V-2-4- Tazej Orange.....	61
V-2-5- Ramy light orange.....	61
V-2-6- Candia nectar de grenade.....	62
V-2-3- Analyse sensorielle.....	63
V-2-4- Analyses physicochimiques.....	63
V-2-4-1- ph.....	63

Chapitre VI: Résultats et discussion

VI-1- Résultats d'analyses des paramètres physico-chimiques.....	64
VI-1-1- Le pH.....	64
VI-2- Résultats de l'analyse sensorielle	65
VI-2-1- La couleur.....	65
VI-2-2- La consistance	66
VI-2-3- L'odeur	67
VI-2-4- Le goût.....	68
VI-2-5- Le goût (Acidité)	69
VI-2-6- le goût (sucrée)	70
VI-2-7- Pulposité	71
VI-2-9- Préférence.....	73

Conclusion.....	74
------------------------	-----------

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Les aliments sont des matières contenant des composés organiques et minéraux d'origine animale et végétale considérés comme l'une des principales exigences pour la survie de l'homme. Généralement, ils ne sont pas tous consommés crus ; plutôt nécessitent des traitements et des transformations technologiques.

Le développement et les progrès enregistrés dans le domaine des industries agroalimentaires et les technologies agroalimentaires ont eu un impact positif sur l'augmentation d'utilisation des additifs alimentaires (**PANDEY et UPADHYAY, 2012**) Aujourd'hui, plus de 3000 additifs alimentaires classés en environ 26 catégories fonctionnelles sont utilisées dans l'industrie agroalimentaire.

Les additifs alimentaires sont d'origine naturelle ou bien synthétique généralement ajoutés intentionnellement dans les denrées alimentaires à des petites quantités pendant les processus technologiques de transformation (**SILVA et LIDON, 2016**). Cela est pour leurs différents rôles tels que l'augmentation de la durée de conservation d'un produit et la modification ou l'amélioration de ses caractéristiques organoleptiques y compris l'apparence, le goût, la structure et sans modifier sa valeur nutritive. Il existe d'autres apports bénéfiques majeurs tels qu'un approvisionnement alimentaire, un choix important des produits alimentaires à des prix réduits (**BRANEN et HAGGERTY, 2001**).

Malgré tous les avantages que présentent ces additifs alimentaires, les risques sanitaires liés à ces composés tels que les hypersensibilités, les effets toxiques et cancérigènes sont également préoccupants. Par conséquent, les recherches concernant les effets toxiques sur la santé et les méthodes de détection des additifs alimentaires ne cessent de croître (**CAROCHO et al, 2014**).

Il est important de réglementer l'utilisation des additifs dans les aliments ; les industriels doivent veiller à respecter les seuils et les LMR d'utilisation des additifs alimentaires fixés par les organismes nationaux et internationaux et éviter de dépasser ces seuils pour s'assurer que la prise d'un additif donné de toutes les sources ne dépasse pas la dose journalière acceptable afin de protéger la santé des consommateurs.

Parmi les additifs alimentaires, on distingue deux catégories importantes : les additifs de conservation ou conservateurs alimentaires, qui font partie de la panoplie des techniques et

des moyens permettant d'assurer la sécurité du consommateur, d'allonger la durée de vie des produits alimentaires et de limiter leurs altérations par les micro-organismes (MOLL, 2002).

Ainsi la deuxième catégorie représente les édulcorants alimentaires qui ont connu un grand essor surtout du fait qu'ils sont liés aux produits "Light" ou allégé en calories ; Ou l'industrie alimentaire les utilise dans le but de réduire l'apport calorique sans avoir à compromettre l'agréable gout sucré des aliments et des boissons.

Le produit agroalimentaire différent aussi en fonction des matières premières utilisées, leur proportion, l'addition d'autres ingrédients et des procédés de transformation.

La transformation des fruits en jus a toujours pour objectif de prolonger la durée de consommation d'un fruit au-delà de sa saison et de profiter ainsi de ses qualités nutritionnelles ; le consommateur souhaite de plus en plus des jus de bonne qualité, qui ressemblent au niveau organoleptique du jus frais pressé chez soi, et garantissent une bonne qualité nutritionnelle.

Les boissons gazeuses et les jus sont des produits très largement consommés dans le régime alimentaire Algérien, qui peut être composés d'une source importante de différents additifs alimentaires.

Et c'est dans ce cadre que ce travail s'inscrit dans sa première partie sur la présentation de la bibliographie de conservateurs : l'acide benzoïque et sorbiques et leurs sels ainsi que l'acide citrique ; les édulcorants : l'aspartame et l'acésulfame K présents en abondances dans ces boissons ainsi que leurs DJA et leur toxicité afin que le consommateur soit conscient afin d'éviter les effets nocifs de ces substances.

Dans la deuxième partie, a été réalisée une analyse sensorielle de différentes marques de jus et boissons pour faire de la distinction entre les produits les plus appréciés par les consommateurs.

Et c'est dans ce but qu'elle est très importante car elle renseigne sur les paramètres positifs et les paramètres négatifs des aliments ; contrairement à l'analyse chimique qui est très utile mais l'acceptabilité d'un produit ne peut être estimée que par la dégustation.

I-1- Historique

Depuis l'Antiquité, l'homme recherche les meilleures méthodes et moyens pour préserver les aliments et améliorer leurs caractéristiques organoleptiques telles que l'apparence, l'odeur, le goût et la texture (**CAROCHO et al., 2014**). Les moyens simples de conservation qu'il avait alors à sa disposition étaient la salaison et la fumure de la viande et poisson.

Depuis 5000 ans, le vinaigre était utilisé pour décorer les légumes, les herbes pour améliorer le goût, la coloration et l'apparence des aliments (**TOMASKA et BROOKE-TAYLOR, 2014**). Les égyptiens ont utilisé des colorants et des arômes pour augmenter l'attrait de certains produits alimentaires et les Romains ont eu recours au salpêtre (ou nitrate de potassium), aux épices et colorants pour la conservation et l'amélioration de l'apparence des aliments.

Au milieu des XIX siècle, on a observé l'apparition d'autres substances comprenant des conservateurs, des anticoagulants, des acidifiants et des agents de texture et d'aromatisations. Et les découvertes de plusieurs additifs synthétiques (l'acide benzoïque, glutamate de sodium, l'aspartame...) ont accéléré le développement de l'industrialisation de l'agroalimentaire.

En France, l'introduction de ces substances chimiques dans les denrées sans aucune réglementation a préoccupé les hygiénistes. La loi du 01 avril 1905 complétée par le décret d'application du 15 avril 1912, a introduit la notion de "liste positive", interdisant l'addition de produits chimiques autres que ceux dont l'emploi est déclaré licite.

Le terme "additif alimentaire" fut défini dans le cadre des codex alimentaires en 1963.

I-2- Définition

Selon la définition adoptée par l'Union Européenne « on entend par additif alimentaire toute substance habituellement non consommée comme aliment en soi et habituellement non utilisée comme ingrédient caractéristique dans l'alimentation, possédant ou non une valeur nutritive, et dont l'adjonction intentionnelle aux denrées alimentaires, dans un but technologique au stade de leur fabrication, transformation, préparation, traitement, conditionnement, transport ou entreposage, a pour effet, ou peut raisonnablement être estimée avoir pour effet qu'elle devient elle-même ou que ses dérivés deviennent, directement ou indirectement, un composant de ces denrées alimentaires ».

I -3- Système de numérotation

Il a été établi par la directive européenne 89/107/CEE selon les différentes catégories des additifs alimentaires et un code a été utilisé au niveau européen : Il se compose de la lettre "E" suivie d'un numéro permettant d'identifier facilement la catégorie « Exxx » allant de E100 à E1520.

Au niveau international et à l'exception des pays européens, le comité exécutif de la commission du *Codex Alimentarius* a mis au point un système de numérotation inspiré de celui européen en remplaçant la lettre « E » par « SIN » qui est l'abréviation de système international de numérotation.

❖ Signification du code E

Les additifs sont déclarés sur l'étiquetage, parmi les autres ingrédients du produit.

Un code à trois chiffres a été utilisé à l'origine. Le premier chiffre indique la classe de l'additif (conservateur : E 2xx). Le suivant indique le type de composé utilisé (famille de l'acide benzoïque : E21x). Le troisième correspond à la forme chimique de ce composé (benzoate de sodium : E211). Les plages (les intervalles) des numéros sont affectées aux additifs alimentaires ayant les mêmes rôles de sorte qu'elles donnent des informations sur le but principal de l'additif même sans connaître son nom (**ANONYME₁, 1989 ; TOMASKA et BROOKE-TAYLOR, 2014**).

Ils sont répartis en diverses catégories selon leurs fonctions :

Tableau I : Numérotation des catégories d'additifs alimentaires selon leur fonction

Catégorie	Code E
Les colorants	E1xx
Les conservateurs	E2xx
Les antioxydants	E3xx
Les agents de texture (émulsifiant, épaississant et gélifiant, stabilisant)	E3xx ou E4xx
Les acidifiants et correcteurs d'acidité	E5xx
Les exhausteurs de goût	E6xx
Les édulcorants	E9xx
Les amidons modifiés	E14xx

I-4- La classification

Ils sont classés en de nombreuses catégories (26) fonctionnelles en fonction de leur intérêt dans le produit, selon le règlement (CE) n° 1333/2008 du parlement européen et du conseil du 16 décembre 2008 sur les additifs alimentaires.

Tableau II : Classification des additifs alimentaires selon le Journal officiel de l'Union européen.

01	Edulcorants	14	Exhausteurs de goût
02	Colorants	15	Agents moussants
03	Conservateurs	16	Gélifiants
04	Antioxygènes	17	Agents d'enrobage
05	Supports	18	Humectants
06	Acidifiants	19	Amidons modifiés
07	Correcteurs d'acidité	20	Gaz d'emballage
08	Antiagglomérants	21	Propulseurs
09	Antimoussants	22	Poudres à lever
10	Agents de charge	23	Séquestrants
11	Emulsifiants	24	Stabilisants
12	Sel de fonte	25	Epaississants
13	Affermissants	26	Agents de traitement de la farine

➤ Dont voici les principales catégories d'additifs alimentaires :

❖ Colorants

Ce sont des substances qui ajoutent ou redonnent de la couleur à des denrées alimentaires, il peut s'agir de constituants naturels de denrées alimentaires ou d'autres substances naturelles qui ne sont pas normalement consommés comme aliments en soi et qui ne sont pas habituellement utilisés comme ingrédients caractéristiques dans l'alimentation. (KEHAL, 2013).

❖ Conservateurs

Les conservateurs retardent ou empêchent les modifications microbiologiques indésirables dans les denrées alimentaires et participent au maintien de la qualité sanitaire des aliments.

❖ Antioxydants

Les antioxydants ou antioxygènes empêchent l'oxydation des aliments et toutes les modifications organiques qui découlent de cette oxydation (rancissement des graisses, brunissement des fruits et légumes frais) (GALLEN *et al.*, 2013).

❖ Émulsifiants

Les émulsifiants sont des agents tensio-actifs utilisés principalement pour stabiliser une émulsion hétérogène. (MAHUNGU *et ARTZ*, 2001 ; MSAGATI, 2013 ; CAROCHO *et al.*, 2013).

❖ Gélifiants

Ce sont des substances qui confèrent de la consistance pour une denrée alimentaire par la formation d'un gel.

❖ Stabilisants

Ce sont des composés ajoutés dans les denrées alimentaires, en vue de maintenir l'état physico-chimique et de stabiliser, conserver ou intensifier la couleur d'un aliment, et d'améliorer la stabilité à la chaleur et freiner le dessèchement afin de conserver la consistance des denrées alimentaires.

❖ Edulcorants

Les édulcorants permettent l'amélioration de la saveur des aliments, ils leurs donnent une sensation de douceur (MSAGATI, 2013). Ce sont des molécules qui possèdent une saveur sucrée notablement supérieure à celle du saccharose.

❖ Exhausteurs de goût

Les exhausteurs de goût sont des additifs alimentaires qui n'ont pas leur propre et spécifique goût, ils sont utilisés pour amplifier, compléter l'effet d'autres arômes et pour améliorer le goût original des aliments (SUGITA, 2001 ; CAROCHO *et al.*, 2014; CHAN, 2014).

❖ Acidifiant

Ce sont des substances qui augmentent l'acidité d'une denrée alimentaire et / ou lui donnent un goût acide.

➤ **Catégories d'additifs alimentaires selon leurs fonctions :**

Les additifs alimentaires sont répartis selon leurs fonctions et besoin technologique auquel ils répondent, les catégories peuvent être classées en 3 grandes familles (figure N°1)

- **Agents de finalité** : participent dans la préparation de l'aliment.
- **Agents de conservation** : servent au maintien de la fraîcheur et prévention de la dégradation des aliments.
- **Agents sensoriels** : améliorent les caractéristiques organoleptiques des aliments : couleur, goût, texture...

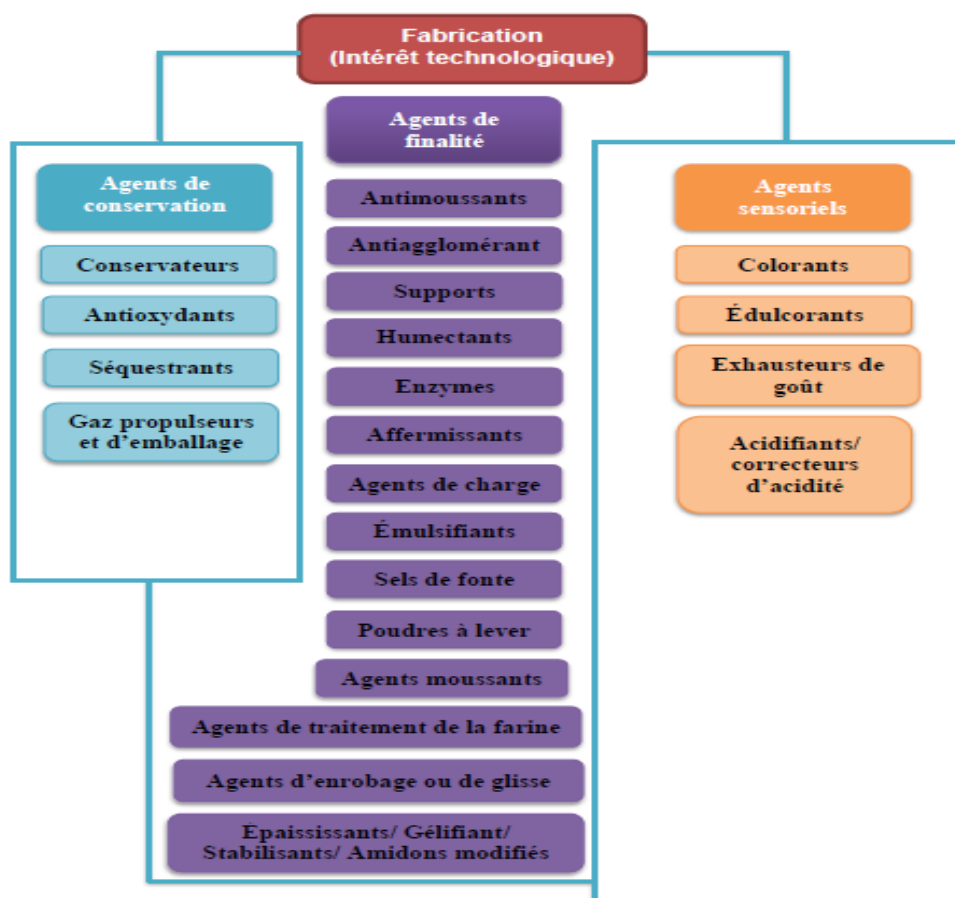


Figure N°1 : Les catégories d'additifs alimentaires selon leurs fonctions.

I-5- Intérêt

Les additifs alimentaires jouent un rôle vital dans l'approvisionnement des aliments. En remplissant diverses fonctions utiles dans le but :

- ✓ D'augmenter la durée de conservation des aliments.

✓ D'améliorer leurs caractéristiques organoleptiques telles que : le goût, l'odeur, la texture et la couleur (**ABDULMUMEEN et al., 2012**).

Et permettent aussi :

✓ D'assurer la stabilité physique de l'aliment (émulsifiants, antiagglomérants, gélifiants).

✓ De garantir sa qualité hygiénique (conservateurs, antioxygènes), et sa valeur nutritionnelle.

✓ D'influer favorablement sur les coûts.

a) Intérêt technologique

La grande diversité des additifs alimentaires présente un double intérêt :

Le premier est d'avoir un choix pour une même fonctionnalité, en fonction des paramètres tels que pH, activité de l'eau, etc.

Le second est de pouvoir utiliser différents additifs en synergie, et donc, de n'utiliser que la quantité optimale (**MULTON, 2009**).

b) Amélioration de la conservation

L'amélioration de la conservation inclut trois propriétés des aliments qui doivent être préservées : la qualité sanitaire, nutritionnelle et organoleptique (texture, odeur, saveur, couleur). Car les aliments sont tous d'origine biologique et donc fragilisés à la fois par des phénomènes externes (température, l'oxygène, contamination microbiennes...) ou internes (actions des enzymes, etc.).

c) Rôle d'améliorer ou de maintenir la qualité organoleptique

Les additifs alimentaires sont considérés comme étant des denrées très précieuses et onéreuses permettant de maintenir ou d'améliorer les qualités sensorielles des aliments : la consistance, la texture, la couleur, etc. (**MOHAMED et al., 2012**).

Ces qualités organoleptiques rendent les aliments appétent, agréables à consommer et en jouant sur elles on peut aussi jouer sur la diversité des aliments.

d) Amélioration de la valeur nutritionnelle

La recherche pour une amélioration des propriétés nutritionnelles des denrées alimentaires devient un domaine incontournable pour les industriels. La connaissance de la composition nutritionnelle des aliments et les préparations alimentaires a permis de

développer des solutions pour améliorer le statut des produits proposés aux consommateurs, dans le but d'une restauration, ou d'un enrichissement.

En effet, certains nutriments sont très fragiles et sensibles à la température, la lumière, et à l'action d'oxydants donc ils nécessitent des agents protecteurs spécifiques, ou une restauration afin que le produit final puisse avoir les mêmes caractéristiques nutritionnelles que l'aliment source (**MULTON, 2009**).

e) Un rôle économique

L'addition des additifs alimentaires permet de prévenir les détériorations des aliments qui influencent sur les coûts de l'industrie et de faciliter ou de prolonger le transport.

f) Rôle hygiénique ou sanitaire

L'amélioration de la conservation des aliments se fait généralement par l'emploi des conservateurs et antioxydants qui sont très importants pour empêcher la prolifération des bactéries ou des moisissures qui peuvent être à l'origine de contamination par des substances toxiques et même cancérigènes (**BAKIRI et M'ZALI, 2013**).

II-1- Introduction

Les conservateurs constituent une classe d'additifs alimentaires indispensables car ils permettent de garder les aliments dans des conditions hygiéniques satisfaisantes et de limiter notamment des toxi-infections alimentaires.

Ils sont numérotés de E 200 à E 290 d'après les normes de la CEE.

Un conservateur se définit comme une substance non consommée normalement en tant que denrée alimentaire mais que l'on incorpore à l'aliment en vue d'accroître sa sécurité et sa stabilité microbiologiques. Il doit assurer l'innocuité de l'aliment (inhibition du développement des micro-organismes pathogènes éventuels) et sa stabilité organoleptique (inhibition des micro-organismes d'altération) (**BOURGEOIS, 1984**).

Ces additifs anti-microbiens sont seulement bactériostatiques au regard des doses faibles auxquelles ils sont employés. Ils ne peuvent donc pas rendre sain un produit contaminé, ni améliorer la qualité d'un mauvais produit (**BOURGEOIS, 1984**).

Ils permettent seulement au produit de conserver plus longtemps ses caractéristiques de départ.

On distingue deux types de conservateurs :

- **Les conservateurs minéraux** : nitrates, nitrites, anhydrides sulfureux et sulfites, acide borique
- **Les conservateurs organiques** : acides propionique, sorbique, benzoïque, ... et leurs sels (**BOURGEOIS, 1992**).

Les conservateurs chimiques doivent assurer :

- ✓ L'innocuité de l'aliment, qui résulte de l'inhibition du développement des microorganismes pathogènes éventuellement présents (salmonelles, clostridies, staphylocoque, moisissures diverses) et de la production de toxines. (**MULTON, 1992**).
- ✓ La stabilité organoleptique de l'aliment, qui résulte de l'inhibition de la multiplication des micro-organismes d'altération.

II-2- L'acide benzoïque et les benzoates

II-2-1- Généralités

L'acide benzoïque, de formule chimique brute C_7H_6O est un acide carboxylique aromatique dérivé du benzène.

En tant qu'additif alimentaire, il est référencé en Europe sous le code E 210. On le retrouve aussi sous différentes appellations ou synonymes tels que : Benzene carboxylic acid, Benzene formic acid, Benzen methanoic acid, Carboxybenzene, Phényle carboxylique acide, Phényle formique acide ...etc.

C'est un conservateur alimentaire qui est naturellement présent dans certaines plantes :

- Comme composants de la canneberge d'Amérique (*Vaccinium macrocarpon*).
- Dans la poudre de cacao (*Theobroma cacao*) en faible quantité (GOMBAULT, 2014).

On le trouve aussi présent naturellement dans les produits laitiers de culture

Bien qu'étant un acide faible, l'acide benzoïque n'est que peu soluble dans l'eau du fait de la présence du cycle benzénique apolaire, a une odeur forte et est facilement inflammable.

Parmi les principaux composés qui dérivent de l'acide benzoïque, on peut citer : l'acide salicylique et l'acide acétylsalicylique plus connu sous le nom d'aspirine. Au-dessus de $370\text{ }^{\circ}\text{C}$, il se décompose en formant du benzène et du dioxyde de carbone. L'acide benzoïque est une substance active revendiquée comme ayant des propriétés bactéricides, fongicides et autres, réapprouvée au titre du règlement n°1107/2009, depuis le 01/09/2017 et jusqu'au 31/08/2032.

II-2-2- Utilisation de l'acide benzoïque

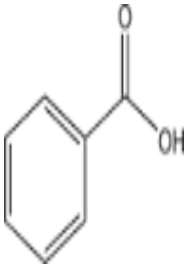
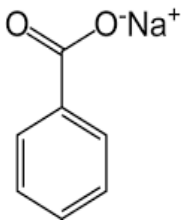
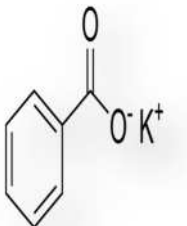
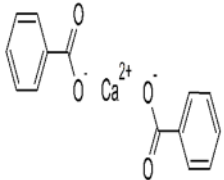
C'est un composé antimicrobien couramment utilisé comme agent de conservation dans de nombreux aliments transformés, y compris les produits de boulangerie, les vinaigrettes, la margarine, les bonbons, la gomme, la crème glacée, les trempettes, les jus et même les cornichons. On le trouve également dans de nombreux produits cosmétiques et articles de soins personnels, tels que les bains de bouche.

Il est parfois désigné sous le nom de benzoates, du coup, on trouve des sources naturelles riches de benzoates dans les baies, les pruneaux, le thé, certaines herbes et épices tels que la noix de muscade, la cannelle, l'acacia, le clou de girofle et en moindre mesure dans d'autres aliments tels que le lait, le fromage, les yaourts, le soja, les noix et les légumes secs.

II-2-3- Structure et propriétés physicochimiques

Ci-dessous sont présentées les propriétés de l'acide benzoïque et ses sels :

Tableau III : Structure et propriétés physicochimique de l'acide benzoïque et ses sels

Nom	Acide benzoïque	Benzoate de sodium	Benzoate de potassium	Benzoate de calcium
Code E	210	211	212	213
Structure				
Formule brute	C ₇ H ₆ O ₂	C ₇ H ₅ NaO ₂	C ₇ H ₅ KO ₂	Ca(C ₇ H ₅ O ₂) ₂
Poids moléculaire (g/M)	122,13 g·mole ⁻¹	144,11 g·mole ⁻¹	160,213 g·mole ⁻¹	282.31 g·mole ⁻¹
Apparence	Solide blanc aspect soyeux	Poudre blanche cristalline hygroscopique ou granulés	Solide blanc	Poudre
Pt de fusion	122,35°C	330,6°C	> 300 °C	NS
Pt d'ébullition	249,9 °C	464,9 °C	NS	NS
Solubilité A 20°C (eau)	2,9 g/L	550-630 g/L	73,83 g / 100 ml	2.72g/100mL
Soluble dans	Ethanol, Benzène et acétone	Eau, éthanol méthanol et éthylène glycol	Ethanol, Méthanol	Ethanol, Méthanol
pKa	4,2	7.5	NS	NS
Origine	Naturel	Synthétique	Synthétique	Synthétique

II-2-4- Source de l'acide benzoïque

II-2-4-1- Historique

L'acide benzoïque a été découverte au XVII^e siècle. La distillation à sec de la gomme benjoin a d'abord été décrite par Nostradamus (1556), puis par Alessio Piemontese (1560) et Blaise de Vigenère (1596).

Un travail de **Pionnier** en 1830 à travers une variété d'expériences basées sur l'amygdaline obtenu à partir de l'huile d'amandes amères (le fruit de *Prunus dulcis*) par **Pierre Robiquet** et Antoine **Boutron-Charlard**, deux chimistes français avait produit benzaldéhyde mais ils ont échoué dans l'élaboration d'une interprétation de la structure de l'amygdaline qui compte pour elle et a donc manqué l'identification du benzoyle radical C_7H_5O .

Cette dernière étape a été réalisée quelques mois plus tard (1832) par **Justus Von Liebig** et **Friedrich Wöhler**, qui a déterminé la composition de l'acide benzoïque. Ceux-ci ont également étudié comment l'acide hippurique est lié à l'acide benzoïque.

C'est en 1830, que **Wöhler** rencontre **Justus Von Liebig**, qui poursuit des recherches similaires sur les cyanates. Ils extraient, en 1837, l'amygdaline à partir des amandes amères, et découvrent l'acide benzoïque en oxydant l'amygdaline par l'acide nitrique. C'est la molécule indissociée de l'acide Benzoïque qui est responsable de l'activité antimicrobienne (**GOUGET, 2011**).

En 1875 **Salkowski** à découvert les capacités antifongiques de l'acide benzoïque, qui a été utilisé pendant longtemps dans la conservation du benzoate contenant des fruits de chicouté.

Gabel (1921) est un des premiers à démontrer que l'acide benzoïque est efficace en milieu acide à hauteur de 0,1 %, 0,2 % en milieu neutre mais inactif en milieu basique. Des résultats similaires ont été reportés pour les fungi et levures (**CRUESS et RICHERT, 1929**).

Rahn et Conn (1944) ont observé l'effet antimicrobien de l'acide benzoïque.

Webb (1966) a montré que l'acide benzoïque et le sodium benzoate peuvent aussi inhiber les enzymes spécifiques dans la cellule.

En 1973, **Freeze et al.** lancent l'hypothèse que l'acide benzoïque inhibe ou tue les microorganismes en interférant avec la perméabilité membranaire entraînant des problèmes dans le transport et la phosphorylation oxydative. Ils montrent aussi que le benzoate inhibe l'assimilation d'acides aminés chez *Penicillium chrysogenum*.

En 1979, **Harvath** a montré que le benzoate sert aussi de piègeur de radicaux libres, et comme inhibiteur de la D-amino acide oxydase (**QUAY et MASSAY, 1977**).

En 1984, **Salmond et al.**, observent les effets des acides organiques comme conservateurs sur la croissance et le pH intracellulaire d'*E.coli*. Ils suggèrent que le potentiel conservateur des acides, comme l'acide benzoïque, provient de leur capacité spécifique à réduire le pH intracellulaire.

L'effet de l'acide benzoïque a été observé chez les levures du genre *Z.bailii* résistantes aux conservateurs (**WARTH, 1991**). A des concentrations de 4 mM, la fermentation était stimulée et une quantité faible de benzoate était accumulée. Proche de la CMI (10mM), la fermentation est inhibée, la quantité d'ATP diminue et le benzoate accumulé à plus grande quantité. L'auteur a alors conclu que l'action première de l'acide benzoïque chez *Z. bailii* était de causer une perte générale de l'énergie (par manque d'ATP).

Burlini et al (1993) ont pré-incubé des cellules de *S.cerevisiae* avec du benzoate à un pH extracellulaire de 6,8, puis ajouté du glucose. Les résultats ont montré une diminution de la consommation de glucose. Le niveau de croissance est réduit avec le conservateur.

Cheng et piper (1994) montrent que l'acide benzoïque affecte la réponse inflammatoire et la thermotolérance de *Saccharomyces cerevisiae* et que cet effet est dépendant du pH. Les auteurs ont reporté que ce conservateur est parmi les premiers composés à montrer une action en tant qu'inhibiteur sélectif de l'expression des protéines induites par la chaleur chez les levures.

En 1999, **Lambert et Stratford** ont démontré les points suivants : la consommation théorique d'ATP par la pompe à proton peut être directement corrélé avec la réduction du rendement cellulaire ; les cellules microbiennes peuvent pomper les protons et augmenter le pH interne, en dépit d'un influx plus important de conservateur.

II-2-4-2- Production industrielle de l'acide benzoïque

L'acide benzoïque est produit industriellement par les réactions chimiques présentées comme suite dans l'objectif de la conservation des denrées alimentaires :

- Par l'oxydation partielle du toluène avec l'oxygène en phase gazeuse en présence de catalyseurs tels que des sels de cuivre ou le pentoxyde de vanadium (V_2O_5). (figure N°2)

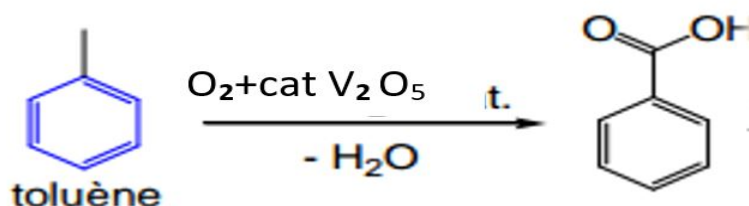


Figure N°2 : Schéma réactionnel d'oxydation du toluène en présence de catalyseur.

- Par l'oxydation catalytique de l'alcool benzylique avec de l'air ou de l' O_2 gazeux comme oxydant est une alternative durable prometteuse à l'oxydation avec du permanganate. Cette réaction peut devenir pertinente sur le plan industriel, en particulier si un catalyseur à base de métal non noble est utilisé (**GERGELY NAGY et al, 2019**). (figure N°3)

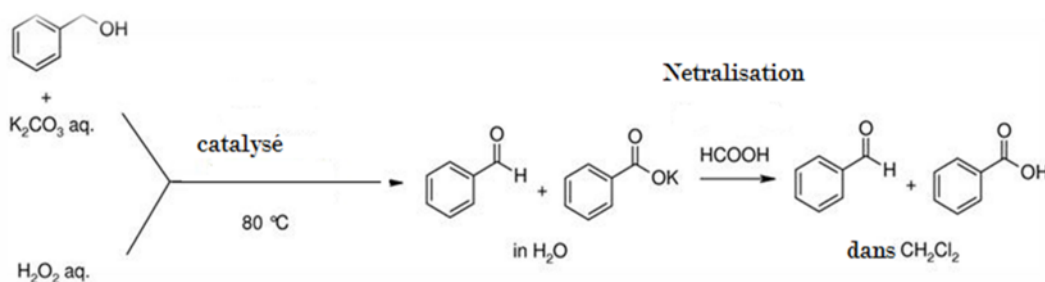


Figure N°3 : schéma réactionnel de catalyse de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium.

- Par l'hydrolyse d'un composé de même niveau d'oxydation que lui (par exemple à partir du benzonitrile ou du benzamide). (Figure N°4)

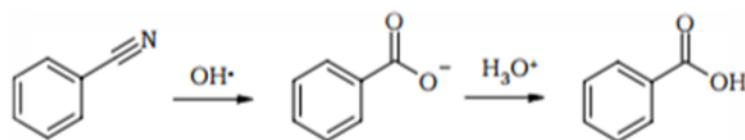


Figure N°4 : schéma réactionnel de l'hydrolyse du benzonitrile.

- Par réaction d'un réactif de Grignard avec le dioxyde de carbone CO_2 (Figure N°5)

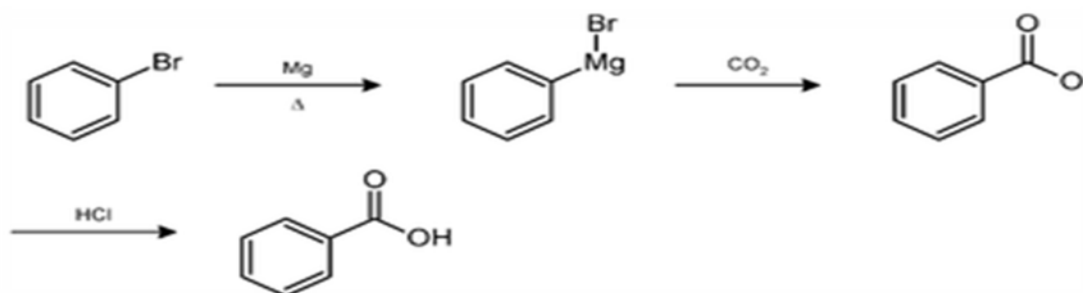


Figure N°5 : Schéma réactionnel de l'obtention de l'acide benzoïque par le réactif de Grignard.

II-2-5- Les benzoates

Vu les difficultés de solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau et étant donné sa forme acide des solutions ont été apportées à cela en utilisant ses bases conjuguées ou benzoates.

Elles sont appelées aussi sels benzoïques qui sont quant à eux très solubles sous forme non ionisé à $\text{pH} < 4$. Ce sont les benzoates et on les retrouve sous trois types : (HARRAR, 2013).

❖ Le benzoate de sodium E211

Le benzoate de sodium est utilisé comme conservateur alimentaire. Sa concentration limite d'utilisation varie suivant les aliments, de 150 ppm (exprimées en quantités d'acides libres) dans les boissons aromatisées à 2 000 ppm (0,2 %) dans les betteraves rouges cuites.

Il est aussi utilisé dans les aliments acides comme les vinaigrettes, les boissons gazeuses, les confitures et les jus de fruits (acide citrique), les cornichons, les condiments et les garnitures de grenades.

Aux États-Unis, la Food and Drug Administration limite la concentration d'utilisation dans les aliments à 0,1 %.

À la Belle Époque, le benzoate de sodium était considéré par les médecins comme un médicament diurétique (GOMBAULT, 2014)

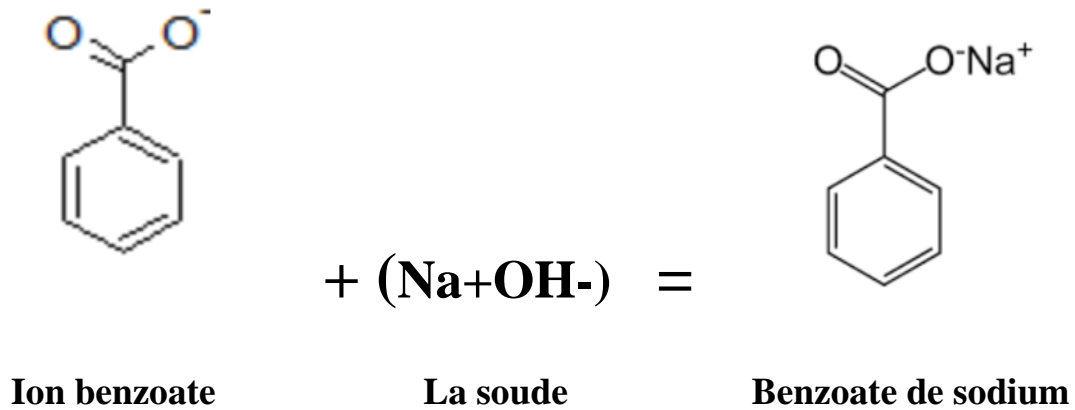


Figure N°6 : Schéma réactionnel induisant la production Benzoate de sodium

❖ **Le benzoate de potassium E212**

Le sel de potassium de l'acide benzoïque, est un agent de conservation alimentaire qui inhibe la croissance des moisissures, des levures et de certaines bactéries. Il est plus efficace dans les produits à faible pH, en dessous de 4,5, où il existe sous forme d'acide benzoïque.

Les aliments et boissons acides comme les jus de fruits, les boissons pétillantes, les boissons gazeuses et les cornichons peuvent être conservés au benzoate de potassium. (REYNAL, 2009)

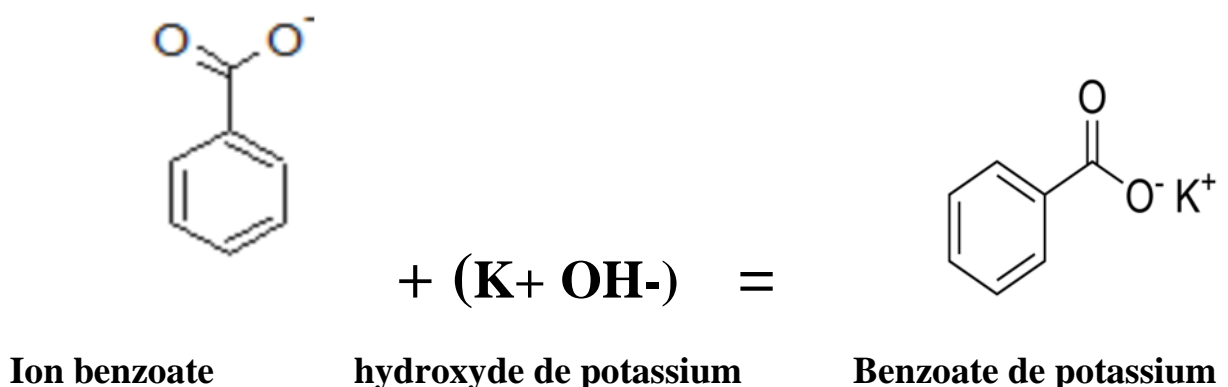


Figure N°7 : schéma réactionnel induisant la production de Benzoate de potassium.

❖ **Le benzoate de calcium E213**

C'est le sel calcique de l'acide benzoïque, en tant que conservateur il est utilisé de préférence plus que les autres sels d'acide benzoïque ou ses esters dans les aliments en raison de sa meilleure solubilité et sécurité pour l'homme (PARK *et al.*, 2009).

Il est utilisé dans les boissons gazeuses, les jus de fruits, les concentrés, le lait de soja, la sauce soja et le vinaigre. C'est le conservateur le plus largement utilisé dans la fabrication du pain et d'autres produits de boulangerie et comme agent de conservation pour les compositions insecticides à base d'eau qui peuvent être pulvérisées ainsi que dans la préparation d'engrais directement pulvérisables au formiate de calcium (DAVIDSON, 2005).

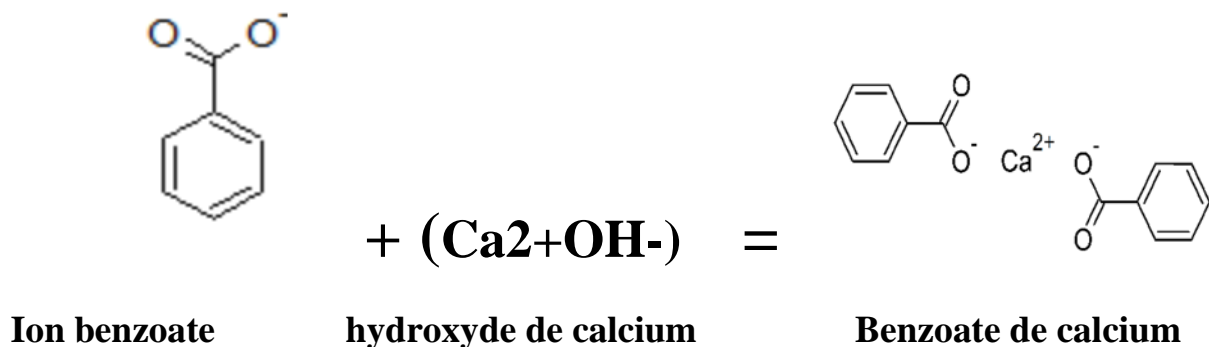


Figure N°8 : schéma réactionnel induisant la production de Benzoate de calcium

II-2-6- Règlements portant sur l'utilisation de l'acide benzoïque et ses sels

Afin d'assurer la sécurité, la santé et la protection des consommateurs vu la progression croissante de maladies chroniques voire mortelles telles que le cancer, les intolérances, l'obésité infantile, et l'hyperactivité chez l'enfant, hypertension artérielle ou maladies cardiaques, et pour les mêmes raisons et avec le manque de données sur les additifs alimentaires, ils sont devenus une inquiétude pour la population.

Une "dose sans effets ou DSE " c'est à-dire une dose maximale n'ayant aucun effet toxique démontrable à partir de toutes les données toxicologiques disponibles, est attribuée afin d'informer le consommateur et le sensibiliser sur ces substances et leur effets (ANDRE, 2013).

Et à partir de cette dose sans effets, on calcule la DJA en prenant une marge de sécurité celle-ci garantirait donc l'absence d'effets indésirables ; même avec une consommation journalière au long cours (ANDRE, 2013).

Ce qui fait qu'on obtient alors la DJA en divisant par un facteur 100 à 1 000 la DSE afin de prendre en compte les variations quand on extrapole de l'animal à l'homme. Ce coefficient de sécurité varie suivant la classification de la substance active, par exemple il est de 100 pour les composés non cancérigènes (FAO/OMS, 1969).

Ainsi les DJA pour l'acide benzoïque et ses dérivés selon NGCAA a fixé la dose pour l'acide benzoïque et ces sels sont comme suit :

Tableau IV : DJA de l'acide benzoïque et ses sels et champ d'utilisation

Substances	Acide benzoïque	Benzoate de Na	Benzoate de K	Benzoate de Ca
Limite Maximale	300 à 1000 mg/kg	1000 à 3000 mg/kg	200 à 2000 mg/kg	1000 mg /Kg
Année d'adoption	2001	2001	2004	2003 et 2004
Limite Maximale	Produit gras	Préparations à base de fruits, incluant pulpes	Jus de fruits et produits à base de protéines animales	Les préparations à base de protéines végétale

II-2-7- Toxicités

Au titre du règlement n°1272/2008, l'acide benzoïque est classé :

- ❖ H315 Provoque une irritation cutanée
- ❖ H318 Provoque des lésions oculaires graves
- ❖ H372 Risque avéré d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée.

Selon une étude britannique publiée en 2007, l'acide benzoïque favorise l'hyperactivité infantile, plus précisément le trouble du déficit de l'attention (**STEVENSON et ALLI, 2007**)

Les E210, E211, E212 et E213 sont des conservateurs qui bloquent le développement de certaines levures et moisissures. On en retrouve dans la plus grande majorité des denrées alimentaire et aussi dans certaines boissons sucrées (jus ou boisson gazeuse) pour allonger la durée de conservation de ses aliments (**GOUGET, 2011**).

La présence des benzoates dans de nombreux produits alimentaires (pains et viennoiseries industriels, boissons sucrées et fromages) et les facilités avec laquelle la DJA (Dose journalière Admissible) est atteinte, en font un additif particulièrement dangereux pour la santé, notamment pour les enfants (**GOUGET, 2011**).

Ces substances peuvent être à l'origine de manifestations allergiques cutanées ou respiratoires : asthme, eczéma et éruptions cutanées de type urticaire. Certains auteurs les accusent également de s'accumuler dans l'organisme et de provoquer des troubles neurologiques (**MOLL, 2000**).

II-3- L'acide Citrique

II -3-1- Généralités

C'est un acide tricarboxylique α -hydroxylé présent en abondance dans le citron, d'où son nom. Il s'agit d'un acide faible qui joue un rôle important en biochimie comme métabolite du cycle de Krebs qui est une voie métabolique majeure chez tous les organismes aérobies (**ECKERT et al ., 1999**).

L'acide citrique est un additif alimentaire E330, appartient à la famille des citrates ou on trouve Le citrate monosodique E331 mais aussi du citrate disodique ou trisodique, ainsi que le citrate de potassium E332 et le citrate de calcium E333 (**PENNISTON, 2006**).

L'acide citrique a été isolé pour la première fois en 1784 par le chimiste suédois Carl Wilhelm Scheele à partir de jus de citron. Il peut exister sous forme anhydre ou monohydrate. Ensuite sa structure a été établie par **Liebig** en 1838 (**LEDMYA, 1992**).

Selon le Codex Alimentarius, la référence de l'OMS et de la FAO en termes de normes alimentaires, l'acide citrique est employé dans l'industrie agro-alimentaire comme régulateur de l'acidité, antioxydant et séquestrant. Il limite la disponibilité des cations pour améliorer la stabilité, exhausteur de goût et comme chélateur ainsi utilisé la préservation et la qualité du produit.

II -3-2- Utilisation de l'acide citrique

L'acide citrique possède plusieurs propriétés importantes, utilisé en industrie alimentaire et pharmaceutique comme un agent a multifonction :

➤ **Agent de conservation**

L'acide citrique réduit les processus d'oxydation qui accélèrent la détérioration des aliments par l'oxygène ou la lumière. En même temps, il empêche également les changements d'odeur, de couleur et de goût, qui sont également causés par les processus d'oxydation. De cette façon, l'acide citrique agit comme un conservateur idéal.

➤ **Régulateur d'acidité**

L'acide citrique est également utilisé partout comme le meilleur ingrédient pour donner le goût fruité à de nombreux produits, tels que des jus de fruits, limonade, thé glacé, bonbons, glaces, confitures, conserves de fruits, etc. En tant que régulateur d'acidité, il maintient constant le pH désiré d'un aliment.

➤ **Agent complexant**

Les agents complexant ont généralement la capacité de lier les métaux à eux-mêmes. Ceux-ci comprennent les métaux lourds, tels que le plomb, le métal léger ou l'aluminium. Ainsi, en tant qu'agent complexant, l'acide citrique rend inoffensives les traces de métaux nocifs contenus dans les aliments.

➤ **L'acide citrique est utilisé comme sel fondu**

La production de fromage fondu nécessite des sels de fusion. L'acide citrique est également présent dans le fromage fondu, le fromage à tartiner ou le fromage cottage.

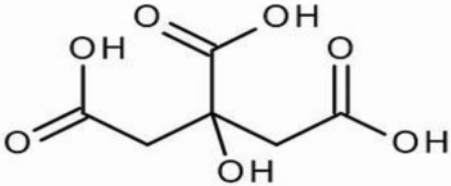
Parmi les utilisations les plus courantes de l'acide citrique, mentionnons :

- La conservation des aliments et des boissons
- L'ajout d'une saveur d'agrumes ou d'amertume aux aliments/boissons
- Utilisation comme agent chélatant pour préserver la texture des aliments.
- Utilisation comme parfum dans les produits de beauté et de nettoyage.
- Correcteur de pH et agent alcalinisant.
- Solvant pour le nettoyage et le dégraissage.
- Anticoagulant en chélatant le calcium dans le sang.

II -3-3- Structure et propriétés physicochimiques

Ci-dessous sont présentés les propriétés de l'acide citrique :

Tableau V : structure et propriétés physico-chimique de l'acide citrique.

Acide citrique	
Structure	
Formule brute	C ₆ H ₈ O ₇
Synonyme	Acide 3-carboxy-3-hydroxypentanedioïque
Masse molaire	192,1235 ± 0,0075 g/mol
Pka	3,13
T° fusion	153 °C
T° d'ébullition	Se décompose au-dessous du point d'ébullition à 175 °C
Solubilité	Soluble dans l'eau , l'éther, l'acétate d'éthyle.
Masse volumique	1,665 g·cm ⁻³
T° auto-inflammation	10 °C
Point d'éclair	100°C
Apparence	Cristaux incolores. (Anhydre) cristaux blancs, faiblement déliquescents. (Monohydrate)

II-3-4- Source de l'acide citrique

II-3-4-1 Historique

La découverte de l'acide citrique est attribuée à l'alchimiste islamique Jabir Ibn Hayyan au 8^e siècle après JC.

L'acide citrique fut le premier acide isolé sous forme cristalline à partir du jus de citron, en 1784, par **Sheele**.

La synthèse chimique de l'acide citrique, à partir de la glycérine, remonte à 1880.

En Angleterre, en 1869, un médecin a obtenu de l'acide citrique sous forme cristalline en mélangeant du jus de citron saturé avec du lait de Chaux, qu'on décompose par de l'acide sulfurique, on obtient de l'acide citrique. L'intermédiaire de cette réaction est le citrate de calcium.

En 1893, **Wettmer** découvrit quelques micromycètes capables de produire de l'acide citrique par fermentation de substrats contenant du sucre.

En Belgique, **Alphonse Cappuyns**, étudiant à Leuven, commença à étudier la production d'acide citrique par voie biologique en 1916. Initialement en cultivant des 'citromyces' sur du sucre raffiné, ensuite avec des '*Aspergillus Niger-schimmel*'.

La production industrielle économique par voie biologique devint envisageable ainsi que une société belgo-italienne, 'La Citrique Belge', est fut fondée en 1929.

En 1917, le chimiste américain, **James Currie**, découvrit que certaines souches de la moisissure « *Aspergillus niger* » pouvaient être des producteurs efficaces d'acide citrique, les cultures d' *A. niger* sont nourries sur un milieu contenant du saccharose ou du glucose afin de produire de l'acide citrique. La source de sucre est la liqueur de maïs, la mélasse, l'amidon de maïs hydrolysé ou toute autre solution sucrée peu coûteuse.

Après avoir filtré le moule de la solution obtenue, on isole l'acide citrique en le précipitant avec de l'hydroxyde de calcium pour obtenir un sel de citrate de calcium, à partir duquel l'acide citrique est régénéré par traitement à l'acide sulfurique (**LEDMYA, 1992**). Et deux ans plus tard Pfizer a commencé la production à l'échelle industrielle en utilisant cette technique.

En 1923, le citrate a été isolé d'une culture fongique fermentée. Cette méthode effectuée en laboratoire à petite échelle (sur pétris) a été élargie pour soutenir la demande d'acide citrique où il est maintenant produit dans de larges réservoirs rotatifs. On le prépare donc par fermentation d'une solution sucrée, telle la mélasse.

À cette époque le procédé industriel par fermentation, en utilisant *Aspergillus niger* comme microorganisme producteur et le sucre comme matière première commença à se développer en Europe et aux États-Unis. Au début des années 30, 80 % de la production mondiale d'acide citrique était réalisée par fermentation (JERNEJC, 1989).

De nos jours, l'acide citrique est produit par des techniques de fermentation « en surface » et en « submergée » (MORETTI et al, 2000).

La figure qui suit illustre le schéma réactionnel de la production d'acide citrique par voie fermentaire par *Aspergillus niger* (figure N°9)

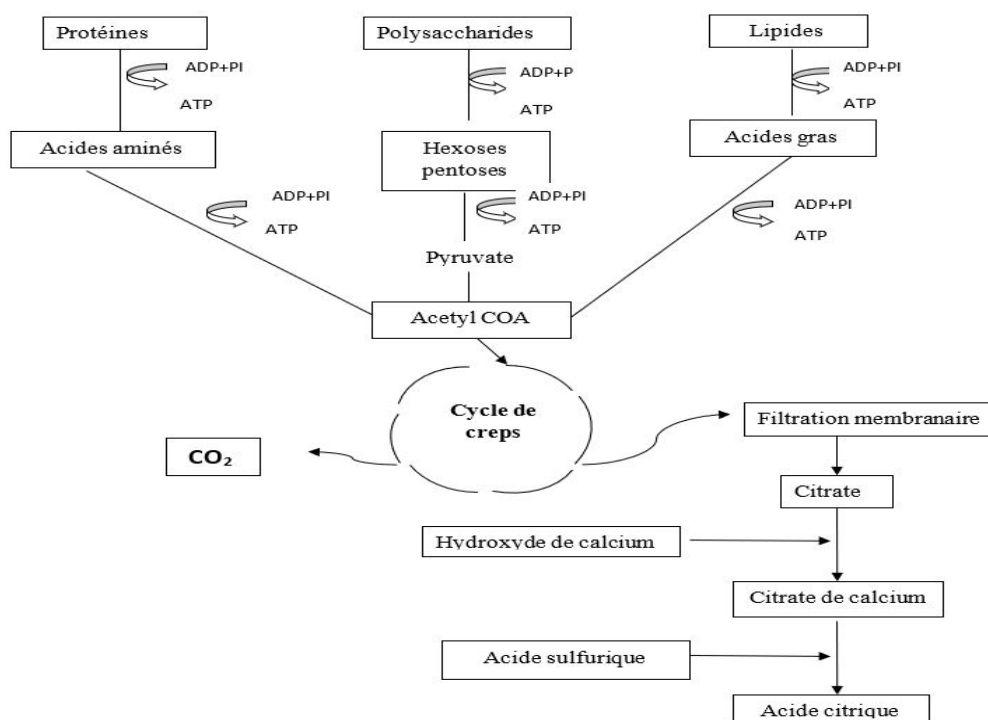


Figure N°9 : Schéma réactionnel de la production d'acide citrique par voie fermentaire par *Aspergillus niger*.

II-3-4-2- Le Cycle de Krebs

L'acide citrique est un métabolite du cycle de Krebs, appelé « cycle de l'acide citrique » en anglais et dans les langues germaniques.

Il est produit à la première étape du cycle par condensation du résidu acétyle de l'acétyl-CoA sur l'oxaloacétate pour former du citrate en libérant la coenzyme A sous l'action de la citrate synthèse (figure N°10)

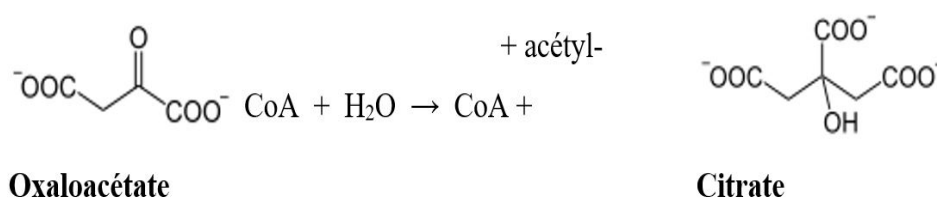


Figure N°10 : réaction de synthèse du citrate

Le citrate est ensuite progressivement dégradé par le cycle pour redonner de l'oxaloacétate en libérant deux molécules de CO₂ et en réduisant une coenzyme Q₁₀ en Q₁₀H₂ et trois NAD⁺ en NADH ; ces coenzymes réduites sont ensuite oxydées par la chaîne respiratoire pour produire de l'ATP par phosphorylation oxydative.

Certaines bactéries, notamment *Escherichia coli*, sont capables de produire et de consommer l'acide citrique dans le cadre du cycle de Krebs, mais sont incapables de s'en nourrir car elles sont dépourvues de la machinerie enzymatique nécessaire pour l'absorber dans la cellule.

II-3-5- Règlements portant sur l'utilisation de l'acide citrique

L'acide citrique est considéré comme une substance naturelle, donc il est totalement inoffensif. Cela peut être vrai s'il n'était pas utilisé comme un acide concentré dans d'innombrables aliments et boissons.

Aucune DJA (dose journalière acceptable ou admissible) n'a été spécifiée pour l'acide citrique et ses sels communs par le Comité mixte FAO / OMS d'experts en additifs alimentaires ni par l'agence européenne EFSA.

Une « DJA non spécifiée » est l'expression employée quand il n'est pas jugé nécessaire d'attribuer une DJA chiffrée à une substance. C'est le cas d'une substance dont les données des études toxicologiques, biochimiques et cliniques réalisées permettant de conclure

que la consommation d'une substance, dans un aliment dans les proportions requises pour obtenir l'effet désiré, ne présentent pas de danger pour la santé. Aussi, l'acide citrique est considéré comme un additif alimentaire sans restriction de la quantité utilisée dans les bonnes pratiques de fabrication. ((EU) 2017)

II-3-6- Toxicité

Bien que ce soit un acide faible, l'exposition à l'acide citrique pur peut avoir des effets néfastes.

- L'inhalation peut causer une toux, un essoufflement ou un mal de gorge. Une ingestion excessive peut causer des douleurs abdominales et des maux de gorge.
- L'exposition de solutions concentrées sur la peau et les yeux peut provoquer des rougeurs et des douleurs (GOMORI, 1955)
- La consommation prolongée ou répétée peut entraîner une érosion de l'émail des dents (ZHENG, 2009)
- Des troubles comme de l'urticaire, démangeaisons, maux de gorge, douleurs à l'estomac, vomissements... peuvent apparaître dans ce cas.

Outre ces effets néfastes, cet acide peut également provoquer une allergie qui se présente sous la forme d'une intolérance

Sur la base de plusieurs études toxicologiques réalisées chez l'animal, l'acide citrique n'est pas suspecté d'être ni cancérigène (voie orale, dose testée 2 g/kg/j, rat) ni reprotoxique (espèces testées : rat, souris, lapin, hamster) ni tératogène (espèces testées : rat, lapin, hamster).

L'acide citrique n'a pas montré de caractère génotoxique que ce soit après des études in vitro et in vivo (doses testées allant jusqu'à 3 g/kg)

Les citrates (E 331, E 332, E 333) sont très répandus dans les boissons gazeuses, les boissons aux fruits et les confitures. Ils ne présentent aucune toxicité.

II-4- L'acide sorbique et sorbates

II-4-1- Généralités

L'acide sorbique Ou l'acide 2,4-Hexadiénoïque a la formule chimique $C_6H_8O_2$. Il est isolé des baies immatures du sorbier (*Sorbus aucuparia*), d'où son nom, en réchauffant de l'acide parasorbique

C'est un acide gras insaturé qui se présente sous la forme d'un solide blanc cristallin légèrement soluble dans l'eau. Par contre ses sels, les sorbates, sont bien plus solubles.

Il est principalement utilisé comme agent conservateur dans les produits Pharmaceutiques et alimentaires ; le pouvoir de conservation antimicrobien de l'acide 2,4-Hexadiénoïque a été découvert entre l'année 1939 et 1940 (NARASIMHAN, 2007)

C'est un additif alimentaire utilisé en tant qu'antifongique, comme agent de conservation des fruits et légumes. On le retrouve donc dans des denrées alimentaires diverses à base de fruits et légumes (yaourts, cidre...) mais aussi dans les mayonnaises et margarines allégées.

Les sels de l'acide sorbique utilisés dans les aliments sont :

- Le sorbate de sodium (E201)
- Le sorbate de potassium (E202)
- Le sorbate de calcium (E203)

Aucun risque n'a été mis en évidence pour ces additifs. D'autre part, il est intéressant de constater que l'acide sorbique est un des rares additifs capables de remplacer au moins en partie les nitrites pour inhiber la germination de *Clostridium botulinum* (MOLINE, 1987).

II-4-2- Utilisation de l'acide sorbique

L'acide sorbique et ses sels, le sorbate de potassium, en particulier, sont des conservateurs antimicrobiens très utilisés dans le domaine agro-alimentaire.

Ces conservateurs permettent d'inhiber la croissance d'un certain nombre de bactéries Gram positif ou Gram négatif, catalase positif ou catalase négatif, aérobies et anaérobies, thermophiles, mésophiles et psychotropes, mais également de levures et de moisissures.

L'emploi d'acide sorbique comme agent conservateur n'est pas adapté à tout type d'aliment. Dans le vin, par exemple, les bactéries lactiques sont capables de transformer l'acide sorbique en alcool sorbique, responsable d'une odeur de géranium.

Les olives vertes et la saumure dans laquelle elles sont plongées voient, quant à elles, leur couleur modifiée en présence d'acide sorbique. Il se trouve surtout dans du pain précoupé et préemballé, dans des sauces de salade, du ketchup, de la moutarde, de la mayonnaise et des salades fines. De même, dans les saucisses dures et des saucisses à cuire, dans la viande de volailles et des produits de poissons, dans des légumes marinés dans l'acide, dans les produits aux pommes de terre et aux tomates.

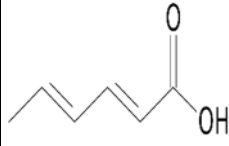
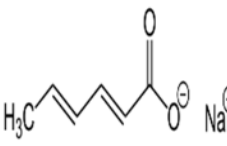
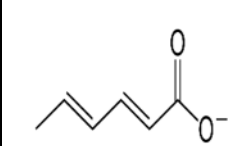
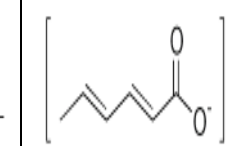
En outre, ils sont un composant de soupes instantanées et de concentrés de soupe, de margarine, de lait et de produits laitiers, de fromage, de fromage blanc, de yaourts aux fruits, de confiture, de confiserie, de gâteaux ainsi que de diverses boissons et spiritueux.

L'acide sorbique et ses sels protègent contre les moisissures et sont principalement utilisés comme fongistatiques dans les liquides de trempage des fruits secs, ou pour les fruits destinés à des préparations. Dans les produits cuits à base de viande, ils freinent la multiplication bactérienne (MOLINE, 1987).

II-4-3- Structure et propriétés physicochimiques

Ci-dessous sont présentés les propriétés de l'acide sorbique et ses sels :

Tableau VI : Structure Et Propriétés Physicochimiques de l'acide Sorbique et ses sels.

Nom	Acide sorbique	Sorbate de sodium	Sorbate de potassium	Sorbate de calcium
Code E	E200	E201	E202	E203
Structure				
Formule chimique	$C_6H_8O_2$	$C_6H_7NaO_2$	$C_6H_7K O_2$	$C_{12} H_{14} CaO_4$
Synonyme	Acide hexa-2,4-diénoïque	sodium (2E,4E)-hexa-2,4-dienoate	(2E, 4E) -hexa-2,4-diénoate de potassium	calcium (2E,4E)-hexa-2,4-diénoate
Masse molaire	112,12 g/mol	134,10 g/mol	150.21 g/ mole	262,31g/mole
Densité	1,20g / cm 3	NS	1,36 g/cm 3	1,39 g / cm 3
T° fusion	134,5 °C	140°C	270 ° C	170°C
T° ébullition	228 ° C	233 ° C	290°C	230°C
Solubilité dans l'eau	À 30 °C : (faible) 2,5 g/L	Peu soluble	58,5 g/ 100 ml (100 °C)	Très peu soluble
Pka	4,76 (25 °C)	NS	NS	NS

L'acide sorbique est un conservateur un peu soluble dans l'eau mais qui est soluble dans l'alcool. L'efficacité du Sorbate de Potassium est optimale pour des PH inférieur à 6,5. Plus le PH augmente, plus l'efficacité de ce conservateur diminue.

II-4-4- Source de l'acide sorbique

II-4-4-1- Historique

Van Hoffman, un chimiste allemand, a été le premier qui a isolé l'acide 2,4-Hexadiénoïque (sorbique) à partir de l'arbre de sorbier des oiseleurs ou sorbier des oiseaux (*Sorbus aucuparia*) dans l'année 1859. **Hofmann Ann** a trouvé que l'acide sorbique possède une activité antibactérienne, antifongique, et aussi améliore l'absorbance des médicaments oculaires et augmente l'activité antituberculeuse (**DHARMADHIKARI, 1975**)

À la fin de l'année 1949 et le début de l'année 1950, l'acide 2,4-Hexadiénoïque est devenu disponible dans le commerce ; depuis lors, l'acide 2,4-Hexadiénoïque a été largement testé et utilisé comme conservateur alimentaire dans presque tous les pays du monde.

Dès 1955, à la fois l'acide sorbique et sorbate de potassium ont été prouvés pour être sûrs et inoffensifs, depuis ce temps, sorbates ont été approuvés pour être utilisés comme conservateurs alimentaires dans presque tous les pays du monde.

II-4-4-2- Synthèses chimique de l'acide sorbique

La baie de cendre de montagne ou baie de sorbier (*Sorbus aucuparia*) contient une lactone, l'acide parasorbique, qui exerce un rôle fongistatique et inhibiteur de la germination des graines (**CARDELLINA et al., 1980**). Par hydrolyse acide, l'acide parasorbique est transformé en acide sorbique (**MASON et al., 1976**).

Les propriétés antimicrobiennes de l'acide sorbique ou acide 2,4 hexanediénoïque ont été démontrées pour la première fois dans les années 1930 et exploitées dans le domaine alimentaire une dizaine d'années plus tard.

Mais cette source est insuffisante pour satisfaire les besoins actuels par rapport à l'étendue du champ d'utilisation de cet agent conservateur ou plus simplement à la demande que ce soit des industries agroalimentaires ou pharmaceutiques.

Des méthodes de synthèses chimiques de ce conservateur ont été mise en place en utilisant la voie traditionnelle vers l'acide sorbique qui implique la condensation de l'acide malonique et du trans-buténal .

Il peut également être préparé à partir d'acides hexadiénoïques isomères, disponibles par le biais d'une réaction catalysée par le nickel entre le chlorure d'allyle , l'acétylène et le

monoxyde de carbone. La voie utilisée dans le commerce, cependant, est à partir de crotonaldéhyde et de cétène (JAGER., 2000) comme suite :

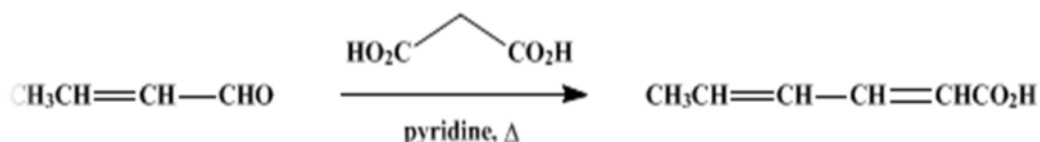


Figure N°10 : Réaction de synthèse d'acide sorbique à partir du crotonaldéhyde .

Quant aux sels d'acide sorbique cela implique une synthèse rudimentaire de production de sels en faisant interagir l'acide sorbique soit avec du sodium bisulfite pour obtenir le sorbate de sodium (LÜCK et al., 2000)

II-4-5- Les sorbates

Les sorbates désignent les sels de l'acide sorbique ils sont plus solubles dans l'eau que sous sa forme acide qui est moins soluble. Ils sont classés comme suite :

➤ Le sorbate de sodium E201

C'est le sel de sodium de l'acide sorbique ou sodium (E, E) -hexa-2,4-dienoate.

Il est utilisé comme additif alimentaire (conservateur). Il se trouve qu'il n'est plus utilisé ou non autorisé à ce jour dans l'UE et la suisse comme additif alimentaire cependant il reste autorisé comme ingrédient des cosmétiques et cela pour des raisons sur la santé. Mais d'autre pays comme le Canada ou la Russie ou encore l'Australie l'autorisent dans l'alimentation transformée (Directive (UE) No 1129/2011).

Quant aux sels de l'acide sorbique cela implique une synthèse rudimentaire de production de sels en faisant interagir l'acide sorbique avec du sodium bisulfite pour obtenir le sorbate de sodium (LÜCK et al., 2000) :



Figure 11 : Reaction de synthèse du sorbate de sodium par le sodium bisulfite

➤ **Sorbate de potassium E202**

Le Sorbate de Potassium, sel de potassium de l'acide sorbique, est un antifongique qui bloque le développement des levures, moisissures, ... Il prolonge de façon notable la durée de conservation des préparations (à l'instar des peintures naturelles) en les protégeant de l'action des micro-organismes.

Il s'agit donc d'un agent conservateur qui est le plus souvent couplé avec le Benzoate de Sodium, afin d'améliorer son efficacité. C'est un additif alimentaire, plus précisément un agent conservateur synthétisé chimiquement et on le retrouve dans de nombreux aliments tels que les yaourts aux fruits, les sauces, les boissons ou encore certains beurres allégés et efficaces dans diverses applications, notamment le vin et les produits de soins personnels .

Le sorbate de potassium, est fabriquée par synthèse rudimentaire par réaction l'acide sorbique et potassium bisulfite (LÜCK *et al.*, 2000).



Figure N°12 : Réaction de synthèse du sorbate de potassium par le potassium bisulfite.

➤ **Le sorbate de calcium E203**

Le sorbate de calcium est un sel d'acide gras polyinsaturé. Produit par une synthèse rudimentaire qui est en interagir l'acide sorbique avec du calcium bisulfite



Figure N°13 : Réaction de synthèse du sorbate de calcium par le calcium bisulfite.

Cet additif était notamment autorisé dans les produits laitiers et les fromages ainsi que dans certaines préparations de fruits et légumes.

Suite à appel public, l'EFSA n'a pu mener à bien la réévaluation de la sûreté du sorbate de calcium en tant qu'additif alimentaire. Le retrait de l'autorisation du E 203 sorbate de calcium dans les denrées alimentaires entrera en application le 12 août 2018.

II-4-6- Règlements portant sur l'utilisation de l'acide sorbique et ses sels

Selon l'annexe II du règlement (CE) no 1333/2008 établit la liste de l'Union des additifs alimentaires autorisés dans les denrées alimentaires et énonce les conditions de leur utilisation. Ainsi que le règlement (UE) no 257/2010 de la Commission européenne sur l'utilisation d'acide sorbique et ses sels dans les denrées alimentaires. (**CODEX ALIMENTARIUS, 2014**).

Les doses journalières ou admissibles pour L'acide sorbique E200 et Sorbate de potassium E201 sont fixées à 1000 mg/l.

L'acide sorbique est autorisé dans les préparations de colorants liquides destinées à la vente au consommateur final pour la coloration décorative des coquilles d'œufs. La teneur maximale autorisée est fixée à 2500 mg/kg de préparation.

Il est ajouté à la liste des additifs alimentaires autres que les supports autorisés dans les additifs alimentaires établie à l'annexe III, partie 2, du règlement CE n° 1333/2008.

L'acide sorbique et ses sorbates ne sont pas listés dans la filière d'alimentation bio de l'Union Européenne comme celle des Etats-Unis. (**ANGL. ORGANIC FOOD**).

II-4-7- Toxicités

L'acide 2,4-hexadiénoïque, est un acide gras insaturé, métabolisé d'une manière similaire aux autres acides gras. Dans le corps, les produits finaux majeurs sont le CO₂ et l'H₂O.

Possède une toxicité très faible, et cela peut être expliqué par le fait qu'il est rapidement métabolisé par des voies semblables aux autres acides gras. (**WINKLER et al., 2006**).

Il n'a pratiquement aucun effet sur le goût et l'odeur des produits alimentaires, et non toxique sur les êtres vivants à des concentrations inférieures à 0,2% (**SERGEEVA, et al., 2009**), récemment déterminé dans l'urine. Après administration orale de 447 mg d'acide 2,4-hexadiénoïque, la concentration urinaire moyenne a augmenté 20 fois (**APREA et al., 2008**)

L'acide sorbique peut également causer une irritation oculaire associée à l'utilisation d'un système d'entretien des lentilles en hydrogel contenant 0,10% d'acide sorbique (**YARRAMRAJU et al., 2007**).

Le sorbate de potassium est considéré comme étant l'un des conservateurs les plus inoffensifs. Il peut malgré tout présenter un certain caractère allergisant : Dans certains cas isolés très rares, l'acide a été le déclencheur de réactions d'hypersensibilité comme de l'urticaire. Des expériences en éprouvette ont démontré que, en quantité importante, l'acide sorbique a déjà provoqué des dommages aux cellules qui pouvaient entraîner un cancer.

Ce sel a été autorisé en Allemagne jusqu'en 1998 et ensuite interdit dans l'Union Européenne à cause des soupçons de former éventuellement des dommages héréditaires.

Le sorbate de potassium pur est irritant pour la peau, les yeux et les voies respiratoires.

Il a été accusé d'effet mutagène associé à des nitrites en l'absence d'une quantité suffisante d'ascorbate (**HARTMAN , 1983**), mais des travaux plus récents contredisent ces données, est aussi toxique pour l'ADN humain des lymphocytes, diminuant ainsi l'immunité (**SEVCAN MAMUR et al., 2010**). Mais trois études menées dans les années 70 n'ont montré aucun effet cancérigène chez des rats (**R. J. HENDY et al., 1976**).

III-1- Introduction

La saveur sucrée représente une véritable source de plaisir pour la majorité des consommateurs. Elle apparaît dès la vie intra-utérine c'est inné, et se manifeste dès la naissance. Deux grands groupes de « substances au pouvoir sucrant » sont utilisés dans les denrées alimentaires : d'une part, les sucres et, d'autre part, les édulcorants.

Les édulcorants sont des substances qui confèrent un goût sucré associé à un faible apport énergétique. Il existe plusieurs catégories dont les plus connus sont les édulcorants intenses ou non nutritifs (NAS) qui ont un pouvoir sucrant très supérieur à celui du saccharose (environ de 30 à 500 fois plus si le saccharose est pris comme référence et a un pouvoir sucrant de 1). Les édulcorants de charge (notamment polyol) ont un pouvoir sucrant limité par rapport à celui du saccharose (1,5 fois).

Ils sont utilisés pour communiquer une saveur sucrée aux produits alimentaire comme dans les aliments allégés ou diététique, le cas des diabétiques (**ELATYQY, 2011**) et favoriser ainsi le contrôle du poids. Les édulcorants intenses n'ont ni effet délétère ni effet bénéfique sur l'équilibre glycémique.

Ces derniers sont utilisés dans des milliers de produits alimentaires que nous consommons tels : les boissons gazeuses, les chocolats, les bonbons, les desserts, les yaourts, les gommes, etc.

Les édulcorants intenses non énergétiques, comme l'aspartame ou l'acésulfame, n'apportent pas de calories. Pour cette raison, ces substances ont été largement utilisées dans les boissons gazeuses.

III-2- L'aspartame

III-2-1-Généralités

L'aspartame a été découvert en 1965 par **James Schlatter**, chimiste de la société G. D. Searle & Company aux États-Unis alors qu'il travaillait sur un traitement des ulcères gastriques. L'aspartame est un édulcorant non nutritif. C'est un additif alimentaires qui se compose de deux acides aminés : la phénylalanine et l'acide L-aspartique liés à un squelette de méthanol; il présente un pouvoir sucrant entre 150 à 200 fois que celui de saccharose (**SALMINEN et HALLIKAINEN, 2001**).

L'aspartame se présente sous forme d'une poudre cristalline blanche, inodore, hygroscopique. Il est utilisé soit comme édulcorant de table, soit comme ingrédient ajouté aux aliments notamment les boissons grâce à sa forme encapsulée. Il est commercialisé sous différents noms (Equal, Canderel, Cologran, NutraSweet et Ordilége) (**TRIZZANI ,2004**).

Cet additif alimentaire est utilisé dans un grand nombre de produits et autorisé dans de nombreux pays, il est référencé dans l'Union européenne par le code E951.

L'aspartame a un fort pouvoir sucrant et une très faible teneur calorique. Il aiderait ainsi à contrôler des facteurs de risques cardiovasculaires tels que le diabète, et l'obésité.

III-2-2- Utilisation de l'aspartame

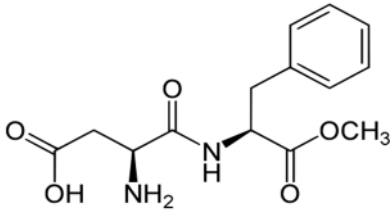
On trouve de l'aspartame dans environ 6 000 produits à travers le monde, notamment dans les boissons gazeuses non alcoolisées, les boissons non alcoolisées en poudre, les chewing-gums, les confiseries, les gélatines, les préparations pour desserts, les puddings et les garnitures, les desserts glacés, les yaourts, les édulcorants de table et certains produits pharmaceutiques, tels que les vitamines et les pastilles contre la toux sans sucre.

III-2-3- Structure et propriétés physico-chimiques

L'aspartame est un dipeptide, dérivant de deux acides aminés, l'acide L-aspartique et l'ester méthylique de la L-phénylalanine. Son nom chimique est donc L-Aspartyl-L-phénylalanate de méthyle.

Ci-dessous sont présentées les propriétés physico-chimiques de l'aspartame :

Tableau VII : Structure et propriétés physico-chimiques de l'aspartame

Aspartame	
Structure	
Formule brute	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O ₅
Synonyme	<ul style="list-style-type: none"> • Ester méthylique de N-L-α-aspartyl-L-phénylalanine • Ester méthylique de l'acide 3-amino-N-(α-carbométhoxy-éthoxyphényl)succinamique • L-Aspartyl-L-phénylalanate de méthyle
Masse molaire	294,3031 \pm 0,0144 g/mol
Pka	3,1 & 7,9 (25 °C)
T° de fusion	Décomposition avant fusion. Le produit de la décomposition fond à 246 °C
T° d'ébullition	>300 °C à 1 013,25 hPa
Solubilité	Peu soluble dans l'eau (10 g·l ⁻¹ à 20 °C) et l'éthanol
Pouvoir rotatoire	= -2.3° dans HCl 1N
Apparence	Poudre cristalline blanche, légèrement hygroscopique

A l'état sec ou congelé, l'aspartame restera stable. Cependant, au fil du temps, s'il est conservé dans des liquides à des températures supérieures à 30°C, il se dégrade et perd son pouvoir sucrant.

L'aspartame est très stable à l'état sec jusqu'à des températures d'environ de 120°C. En revanche, en milieu hydraté, l'édulcorant se dégrade à partir d'environ 40°C, le rendant inutilisable dans les aliments chauffés. L'aspartame se dégrade principalement en dicétopipérazine (figure N°15), dénué de pouvoir sucrant.

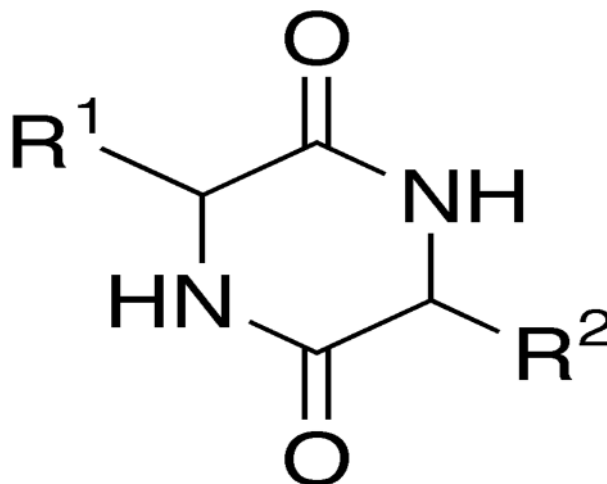


Figure N°15 : Structure générale de dicétopipérazine

À température ambiante, sa stabilité est bonne entre (pH 3,4 et 5). Aux pH inférieurs à (3,4), le dipeptide est hydrolysé et, pour des pH supérieurs à 5, il se produit une cyclisation en dicétopipérazine.

III-2-4- Source de l'aspartame

III-2-4-1- Historique

La première apparition de l'aspartame date de la publication de sa synthèse en 1966. Mais il aurait été découvert en 1965 par **James Schlatter**, chimiste de la société G. D. Searle & Company, lors de la synthèse d'un térapeptide devant être testé comme médicament anti-ulcères.

L'aspartame était alors un intermédiaire de synthèse et **Schlatter** a goûté le produit par accident en humectant son doigt pour attraper une feuille de papier. Le goût sucré fut une découverte inattendue, l'acide aspartique et la phénylalanine n'étant pas sucrés. Le dipeptide

non méthylé se révéla avoir une saveur amère. **Schlatter** synthétisa des composés de structure voisine, mais le produit original fut conservé et commercialisé sous le nom d'aspartame.

L'aspartame a été découvert en tant qu'un nouvel édulcorant en 1965. Sa mise sur le marché a été autorisée pour la première fois aux Etats-Unis par la Food and Drug Administration (FDA) en 1974. À la suite de l'enquête menée par la FDA et de doutes sur le sérieux des études présentées par le laboratoire Searle (notamment les tests sur les animaux), l'autorisation est suspendue par la FDA en décembre 1975.

Une nouvelle évaluation de ces études et l'examen de nouvelles données, ont permis aux Etats-Unis une autorisation de mise sur le marché tout d'abord dans les aliments solides en 1981, puis dans les boissons gazeuses en 1983.

Toujours en 1981, l'aspartame est autorisé par un comité commun d'experts de l'OMS et de l'Organisation pour l'agriculture et la nourriture. La même année, le comité scientifique de alimentation humaine (CSAH / SCF en anglais) de la Commission européenne approuve l'aspartame.

L'aspartame est autorisé en France en 1988 et est codé E951 dans la classification européenne des additifs alimentaires. Le brevet de l'aspartame est tombé dans le domaine public en 1992.

En 1994, son emploi en tant qu'édulcorant est harmonisé par l'Union européenne (directive 94/35/CE24). L'aspartame est alors approuvé dans plus de 90 pays.

En 1995, l'Union européenne établit les critères de pureté pour l'aspartame (directive 95/31/CE25).

En 2002, le comité scientifique de la Commission européenne confirme son avis sur l'innocuité de l'aspartame. La même année, l'Agence française de sécurité sanitaire (AFSSA) conclut dans un rapport : « La consommation d'aspartame chez l'homme, même dans des populations particulièrement exposées comme les enfants diabétiques, ne dépasse pas la dose journalière admissible (DJA), notamment en France ».

En 2003, la directive 2003/115/CE autorise un nouvel édulcorant intense dérivé de l'aspartame : le sel d'aspartame-acésulfame dont l'innocuité a été établie par le comité scientifique de l'alimentation humaine dès mars 2000 et les critères de pureté définis en 2001.

III-2-4-2- Synthèse de l'aspartame

Il existe trois synthèses permettant d'obtenir l'aspartame.

La première est la plus ancienne et correspond à une synthèse chimique. Elle utilise comme réactifs de départ l'acide aspartique et la phénylalanine. Cette voie de synthèse offre un rendement faible, de l'ordre de 50% et est à l'origine d'un isomère possédant un goût amer (qui doit par la suite être extrait). C'est pourquoi elle a vite été remplacée par la synthèse enzymatique. Cette dernière met en jeu comme catalyseur une enzyme, la thermolysine, dans des conditions expérimentales précises à une température de 37°C et un pH de 7,5, et offre un rendement de 95%. Ce rendement est bien meilleur, mais toujours pas suffisant pour les industriels. (LINDEBERG, 1987)

Ci-dessous sont présentés les voies de synthèse de l'aspartame : voie chimique et enzymatique (figure N°16).

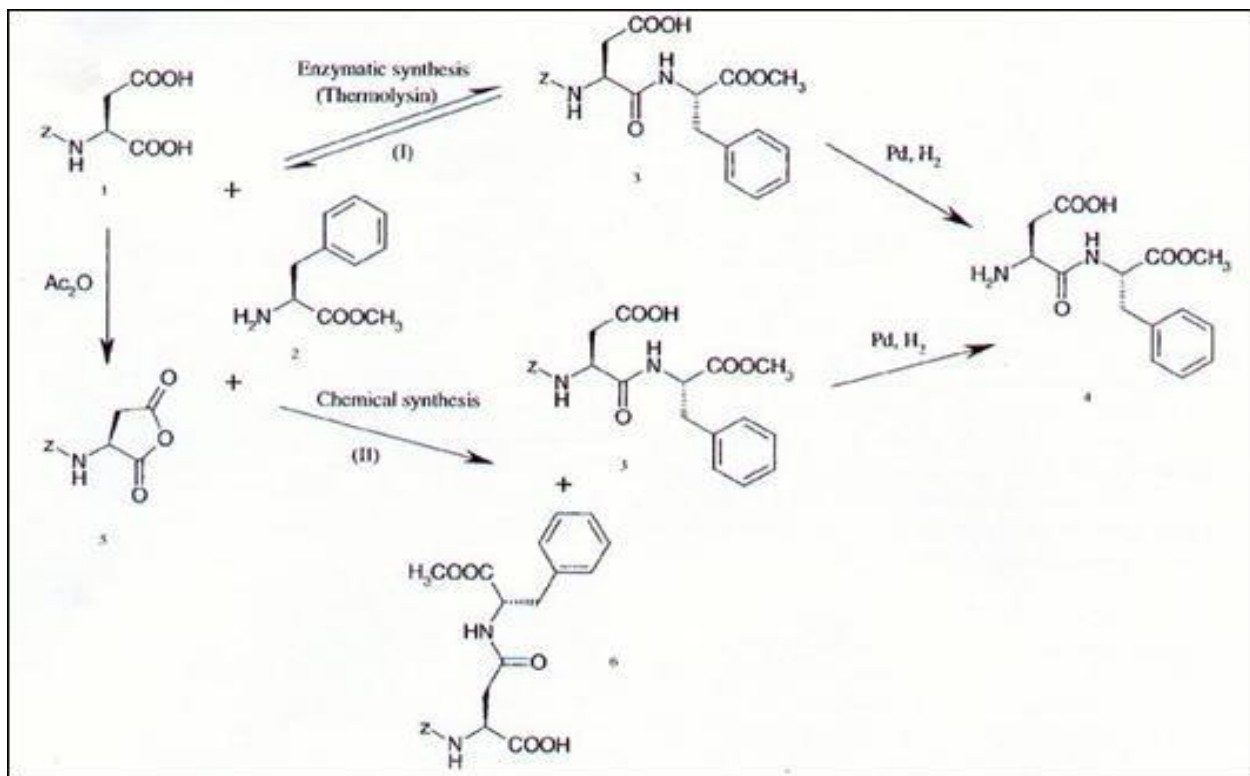


Figure N°16: schéma explicatif des voies de synthèse de l'aspartame : voie chimique et enzymatique

Une autre voie de synthèse a alors été mise en place : la synthèse biotechnologique (figure N°17). C'est celle qui est utilisée aujourd'hui, elle offre un rendement supérieur à 99.99%. Elle utilise toujours la thermolysine comme enzyme, mais réutilise un des produits.

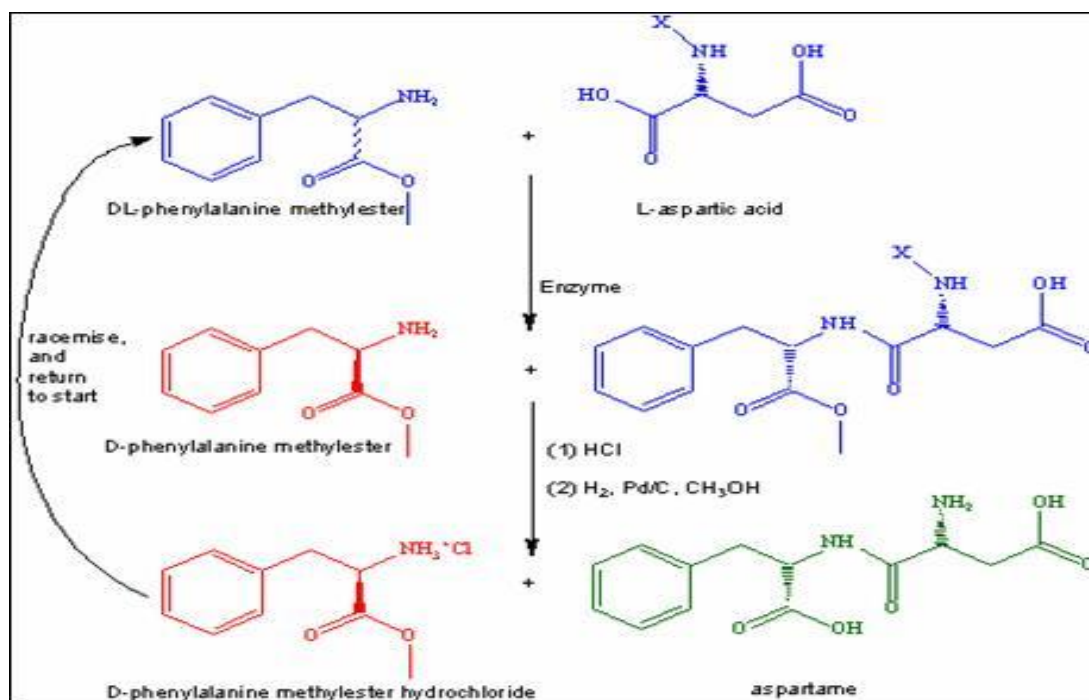


Figure N°17 : schéma explicatif de la synthèse biotechnologique

III-2-5- Règlements portant sur l'utilisation de l'aspartame et Dose journalière admissible DJA

La dose journalière acceptable de l'aspartame pour l'homme (DJA) a été fixée à 40 mg/kg de poids corporel/j (JECFA, 1980) ce qui correspond, en termes de saveur sucrée, à 5 fois la consommation journalière moyenne de sucre pour une personne de 60 kg.

Selon Codex Alimentarius, les limites maximales de l'aspartame adopté en 2005 pour les nectars (14.1.3.1) et les concentrés pour nectars de fruit (14.1.3.3) sont fixées comme suit :

Tableau VIII: limites maximal de l'aspartame selon Codex Alimentarius

Nom de l'additif	Sin ou E	Limite maximal	Catégories d'aliments
Aspartame	951	600mg/kg	14.1.3.1/ 14.1.3.3

III-2-6- Toxicités

L'aspartame est un édulcorant catabolisé dans l'organisme en acides aminés (phénylalanine et acide aspartique) ainsi qu'en méthanol (ANONYME, 2013 ; MSAGATI, 2013). Il s'accumule lentement dans le corps pour ensuite perturber le cerveau et le système hormonale.

L'acide aspartique, représente 40% des produits de métabolisation de l'aspartame.

L'acide aspartique est un acide aminé qui détruit les cellules neurologiques du cerveau donc c'est un neurotransmetteur et provoque des pertes de mémoires neurologiques (sclérose en plaques, maladie d'Alzheimer, maladie de Parkinson, etc.). En effet, il n'est dangereux que lorsque son niveau dans le plasma dépasse 100 $\mu\text{mol/dL}$. Or, même à la dose extrême de 200 mg/kg de poids corporel, le niveau d'acide aspartique dans le sang n'approche pas le seuil réputé toxique. Par conséquent, cette toxicité ne se rencontrerait pas chez les humains suite à la consommation alimentaire habituelle d'aspartame.

La phénylalanine représente 50% des produits de métabolisation de l'aspartame. Elle présente un risque sur la santé des patients qui souffrent d'un trouble génétique du gène homozygote pour la phénylcétonurie (PCU), ne peuvent pas métaboliser la phénylalanine. Cela, est associé à un manque de phénylalanine hydroxylase qui hydrolyse la phénylalanine en tyrosine ce qui entraîne son accumulation dans le sang et le cerveau en provoquant ainsi des convulsions (MSAGATI, 2013 ; SHANKAR *et al.*, 2013 ; INETIANBOR *et al.*, 2015).

Le fœtus en développement des femmes atteintes de PCU est particulièrement sensible aux taux de phénylalanine de la mère.

Environ 10% de l'aspartame se dégrade en méthanol, il est métabolisé en formaldéhyde, acide formique et CO_2 , qui est connu comme étant toxique voire mortelle. Chez l'homme, une ingestion de méthanol à la dose de 200- 500 mg/kg de poids corporel est requise pour induire une accumulation de formate dans le sang et des effets toxiques sur la vision et le système nerveux central : ces doses sont plus de 100 fois supérieures à la dose maximum de méthanol apportée par l'aspartame. Il peut provoquer encore d'autres symptômes, tels que des maux de têtes, des trous de mémoire, des engourdissements, problèmes gastro-intestinaux, vertiges, etc.

- **La Dicétopipérazine DCP :**

La toxicité de la dicétopipérazine, produit de dégradation de l'aspartame, a été évaluée chez les animaux de laboratoire. Cette substance n'est ni génotoxique ni cancérigène chez le rat et la souris. La dose journalière acceptable de la dicétopipérazine pour l'homme a été fixée

à 7,5 mg/kg de poids corporel/j, d'après le comité d'experts sur les additifs alimentaires (JECFA, 1980).

En solution, l'aspartame tend à se dégrader en dicétopipérazine, substance qui, lorsqu'elle est chauffée est soupçonnée de pouvoir conduire à la formation de nitrosamines, produits cancérigènes.

La Dicétopipérazine est formée dans des produits liquides contenant de l'aspartame au cours d'un stockage prolongé .L'aspartame ne devrait donc pas être utilisé pour la cuisson puisqu'en se dégradant, il perd en outre son pouvoir sucrant.

III-3- L'acésulfame K

III-3-1- Généralités

L'acésulfame de potassium ou Ace K (**E950**), aussi connu sous le nom d'acésulfame K a été découvert « accidentellement » en 1967 chez Hoechst AG (Celanese aujourd'hui) en Allemagne de l'Ouest (**SALMINEN et HALLIKAINEN, 2001**). Il est actuellement commercialisé sous la marque *Sunett* autorisée en Europe depuis 1983.

En 1995, un édulcorant à base d'acésulfame potassium, le sel d'aspartame-acésulfame a été développé par **JC. Fry** et **J. Van Soolingen**. Ce nouvel édulcorant est commercialisé sous la marque *Twinswee*.

Cet additif alimentaire est un édulcorant intense à un pouvoir sucrant entre 150 et 200 fois plus élevé que le saccharose et n'apporte aucune calorie. Ce composé est stable à la chaleur et utilisé dans les denrées alimentaires destinées à la cuisson (**MOORADIAN et al., 2018**). Il se présente sous forme d'une poudre cristalline blanche.

L'acésulfame K est souvent mélangé avec d'autres édulcorants tels que l'aspartame et le sucralose. Ces mélanges sont réputés pour donner un goût ressemblant plus au goût du sucre où chaque édulcorant masque l'arrière-goût amer de l'autre et, par effet de synergie, le mélange est plus doux que la somme de ses composants.

III-3-2- Utilisation de l'acésulfame K

L'acésulfame K fait partie des 3 édulcorants intenses les plus employés par l'industrie alimentaire (avec le sucralose et l'aspartame) peut être présent dans une gamme d'aliments transformés, boissons « light » notamment dans le Coca-Cola light, Zéro, le Pepsi light et Max ainsi que dans certaines boissons à base d'eau aromatisée (Saguaro Citron, Citron vert) et

boissons énergétiques, les produits laitiers, crème glacée, desserts congelés ,les produits de boulangerie, sauces et édulcorants de table. Il est aussi utilisé dans les dentifrices et les produits pharmaceutiques.

Il est stable à la chaleur, en milieu acide ou basique modéré et se conserve bien, ce qui permet de l'utiliser dans des denrées à cuire au four ou qui peuvent être conservées longtemps.

De nombreuses études scientifiques ont démontré que l'acésulfame-K est sans danger pour la consommation humaine. Il est sans risque pour les dents car il n'est pas assimilé par des micro-organismes, tels que *Streptococcus mutans*, entraînant des caries dentaires et ne forme pas de ce fait la carie. En outre, il n'influence ni l'insuline ni la glycémie de sorte qu'il convient également aux diabétiques.

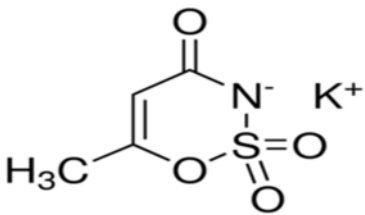
Le corps humain ne peut pas décomposer ou stocker l'acésulfame de potassium comme il le fait avec d'autres aliments. Après consommation, il est rapidement absorbé et ensuite passe inchangé dans l'urine.

III-3-3- Structure et propriété physico-chimiques

Dans la structure chimique, l'acésulfame de potassium est le 6-méthyl-2,2-dioxo-oxathiazin-4-olate de potassium.

Ci-dessous sont présentées les propriétés physico-chimiques de l'acésulfame K :

Tableau IX : Structure et propriétés physico-chimiques de l'acésulfame de potassium.

L'acésulfame de potassium	
Structure	
Formule brute	C4H4KNO4S
Synonyme	Acésulfame K Ace-K
Masse volumique	1,81
Masse molaire	201,242 ± 0,01 g/mol
T° de fusion	229 à 232 °C (décomposition)
T° d'ébullition	270 g·l ⁻¹ à 20 °C dans l'eau.
Solubilité	Faiblement soluble dans l'éthanol
Apparence	Poudre cristalline blanche inodore

III-3-4- Source de l'acésulfame K

III-3-4-1- Historique

L'acésulfame K a été découvert en 1967 chez Hoechst AG. Son utilisation dans les aliments a été approuvée en Europe depuis 1983, aux États-Unis depuis 1988 et au Canada depuis 1994.

Cependant, les études qui prétendent démontrer l'innocuité de l'acésulfame K ont été remises en cause par un certain nombre d'organismes, notamment par le Centre pour la Science dans l'intérêt public aux États-Unis.

En 1994, la déclaration de l'innocuité de l'acésulfame par l'Autorité européenne des sécurité des aliments (l'EFSA).

En 1995, un édulcorant à base d'acésulfame potassium, le sel d'aspartame-acésulfame a été développé par **JC. Fry** et **J. Van Soolingen**. Ce nouvel édulcorant est commercialisé sous la marque Twinsweet.

L'EFSA a déclaré en 2000, l'innocuité du sel d'aspartame et d'acésulfame K. Puis en 2003, l'autorisation de l'acésulfame K et du sel d'aspartame en France.

III-3-4-2- Synthèse de l'acésulfame

L'acésulfame K est obtenu par synthèse à partir de fluorosulfonylisocyanate et d'ester butylique de l'acide acétoacétique. Le composé résultant est transformé en amide fluorosulfonyl de l'acide acétoacétique, qui est ensuite cyclisé en présence d'hydroxyde de potassium pour former le système cyclique de dioxyde d'oxéthazaine. En raison de la forte acidité de ce composé, le sel de potassium est produit directement (figure N°18).

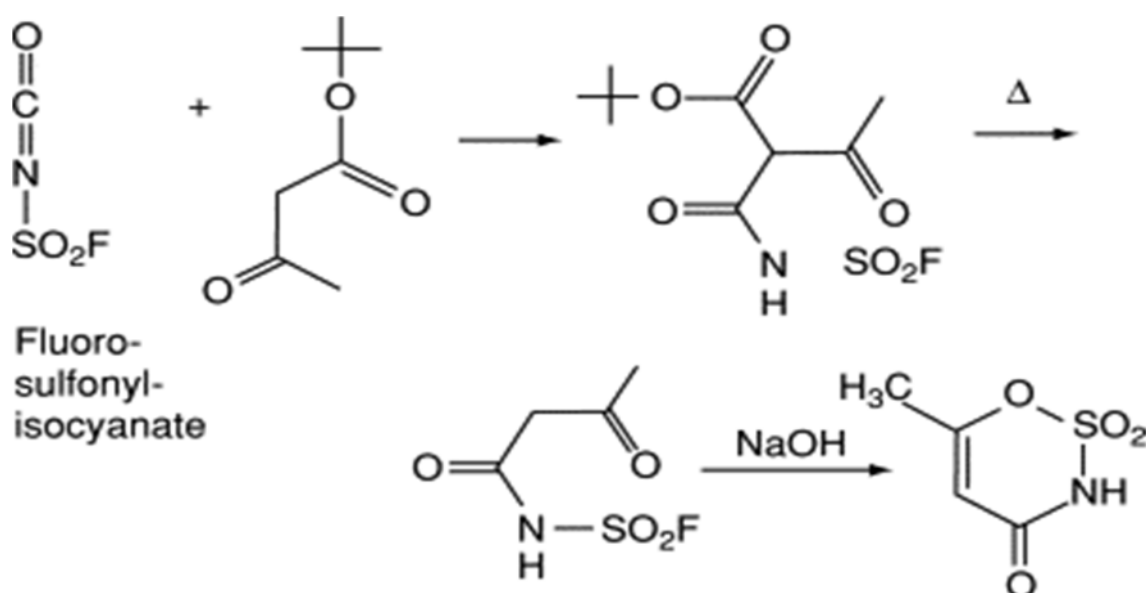


Figure N°18 : schéma explicatif de la synthèse de l'acésulfame

III-3-5- Règlements portant sur l'utilisation de l'acésulfame K et dose journalière admissible DJA

La FDA assure que l'acésulfame potassium soit sans danger jusqu'à une dose journalière admissible de 15 mg par kilogramme (mg / kg) de poids corporel par jour aux États-Unis. En Europe, la dose journalière admissible est fixée à 9 mg /kg/j du poids corporel selon le Comité Scientifique de l'Union Européenne.

Selon Codex Alimentarius, les limites maximales de l'acésulfame K adopté en 2005 pour les nectars (14.1.3.1) et les concentrés pour nectars de fruit (14.1.3.3) sont fixées comme suit

Tableau X : limites maximales de l'acésulfame selon Codex Alimentarius

Nom de l'additif	Sin ou E	Limite maximal	Catégories d'aliments
Acésulfame K	950	350 mg/kg	14.1.3.1/ 14.1.3.3

III-3-6- Toxicités

L'acésulfame de potassium (Ace-K), un édulcorant artificiel approuvé par la FDA, est couramment utilisé, mais ses données de toxicité rapportées à ce jour sont considérées comme inadéquates.

Cependant, les études qui prétendent démontrer l'innocuité de l'acésulfame K ont été remises en cause par un certain nombre d'individus et d'organismes, notamment par le Centre pour la Science dans l'intérêt public aux USA. D'après leurs évaluations de la toxicité de l'acésulfame K notent par ailleurs qu'il n'y a pas eu d'études sur l'homme à long terme parce que l'acésulfame K est rapidement absorbé et est excrété sans modifications (c'est-à-dire pas métabolisé par le corps humain donc le consensus scientifique actuel est que l'acésulfame K ne présente pas de danger démontré pour la santé).

En 2005, le National Toxicology Program a mené l'une des plus grandes études animales. Et d'après, des études dans des tubes à essai et des animaux de laboratoire suggèrent que l'acésulfame potassium ne cause pas de cancer. Bien que certains ne soient pas d'accord, les principales autorités réglementaires sont parvenues à la même conclusion.

L'acésulfame K est un édulcorant hypocalorique, donc il est très largement utilisé par l'industrie alimentaire. Malgré cela, il est entre autres suspecté d'augmenter le taux de mauvais cholestérol et de provoquer des crises d'hypoglycémie. Néanmoins, selon les études menées à ce sujet, seule une consommation excessive d'Ace-K pourrait être nocive pour la santé.

L'innocuité des édulcorants pendant la grossesse n'a pas été rigoureusement étudiée, mais l'utilisation de l'acésulfame K a montré qu'ils étaient acceptables sans dépasser la DJA et sans effets indésirables (BEAUREGARD, 2009).

IV-1- Introduction

Les procédés de fabrication et de transformation des jus, nectar et des boissons causent des variations de la teneur des paramètres physico-chimiques tel que : l'acidité titrable et le degré Brix , d'où une diminution de leurs qualité organoleptique et nutritionnelle . Il convient donc de s'interroger sur la qualité de ces denrées alimentaires et d'effectuer un contrôle de qualité de ces jus et boissons.

Les contrôles physico-chimiques en industries alimentaires correspondent aux qualités nutritionnelles et organoleptiques du produit. En raison de l'intérêt et l'utilisation généralisée des conservateurs et édulcorants, un grand nombre de méthodes de dosage avec différents principes ont été développées pour quantifier les contenus de ces derniers dans des échantillons des jus et boissons tels que la titrimétrie, la spectrophotométrie, colorimétrie, et la chromatographie liquide haute performance. Nous donnons quelques méthodes de dosages :

IV-2- Détermination du degré Brix (AFNOR, 1986)

Le Brix en % exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon (solution aqueuse). Le contenu des solides solubles représente le totale de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, les sels, les protéines, les acides etc. et la mesure lue est leur somme totale.

On entend par résidu sec soluble (déterminé par réfractomètre) la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé, dans des conditions déterminées de préparation et de température. Cette concentration est exprimée en pourcentage en masse.

➤ **Mode opératoire :**

- Placer une goutte de liquide sur la surface du prisme. Abatte le deuxième prisme sur le premier, ce qui permet d'obtenir une couche uniforme de liquide. En dirigeant le réfractomètre vers une source lumineuse, deux zones apparaissent : une claire et l'autre sombre. La limite entre deux zones indique la grandeur de la réfraction.

La valeur Brix est la valeur lue par le réfractomètre qui nous donne le pourcentage des sucres dans le produit.

➤ **Expression des résultats :**

1 degré Brix= 1g de sucre dans 100g de solution

IV-3- L'acidité titrable (AFNOR, 1986)

L'acidité de la boisson est due principalement à l'acide citrique. L'acidité titrable est la somme des acides minéraux et organiques libres.

➤ **Principe**

Il consiste en un titrage avec une solution NaOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré.



➤ **Mode opératoire**

- Prélever 25 ml d'échantillon préparé dans un bécher et compléter jusqu'à 250 ml avec de l'eau distillée puis chauffer jusqu'à ébullition.

- Prendre un volume $V_0=25$ ml auquel on ajoute 0.25 à 0.5 ml de phénophtaléine et tout en agitant.

- Verser à l'aide d'une burette la solution Nao (0.1N) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistante et faire la lecture sur la burette graduée pour avoir le volume de Nao ayant décoloré la solution.

➤ **Expression des résultats**

Acidité titrable = $250/25 \times V_{\square}/10 \times 100/V_0$ (méq/100ml)

V_0 : est le volume, en ml, de la prise d'essai.

V_1 : est le volume, en ml, de la solution d'hydroxyde de 0.1 N. Il est également possible d'exprimer conventionnellement l'acidité titrable en g d'acide par litre de produit, en multipliant par le facteur correspondant à l'acide (Annexe I)

Tableau XI : les coefficients des acides (AFNOR ,1986)

L'acide	Le coefficient
Acide malique	0.67
Acide oxalique	0.45
Acide citrique monohydrique	0.70
Acide tartrique	0.75
Acide sulfurique	0.49
Acide acétique	0.60
Acide lactique	0.90

IV-4- Dosage de l'acide benzoïque et ses sels

1 : Méthodes qualitative

La méthode qualitative de dosage permet la détection des molécules recherchées dans un échantillon étudié, elle permet de trouver la réponse à la question (présence /absence) de cet élément recherché. Aussi cette méthode permet de confirmer ou non les informations qui ont été imprimées sur les étiquètes ou l'emballage du produit destiné à la consommation dans la partie des ingrédients ou composition.

➤ **Test au chlorure ferrique :**

• **Principe**

Acidifier le produit alimentaire avec HCl (1 + 3) et extraire avec de l'éther diéthylique. Evaporer le solvant sur un bain d'eau chaude en éliminant les dernières traces de solvant sous un courant d'air. Dissolvez le résidu dans quelques ml d'eau chaude et ajoutez quelques gouttes d'une solution de chlorure ferrique à 0,5%. Un précipité couleur saumon de benzoate ferrique indique la présence d'acide benzoïque.

- **Préparation de l'échantillon :**

Prendre un volume de 10ml d'échantillon dans un bécher (boisson) $V_{\text{Ech}} = 10\text{ml}$, bien agité pendant 15 min pour éliminer le dioxyde de carbone CO_2 .

- Ajouter un volume de $V_{\text{HCL}} = 3\text{ml}$ de HCL 3,75%, extraire le tout par de l'éther d'éthylique.
- Mettre au bain marie pendant 10min à 50°C puis à l'air libre afin d'éliminer toute trace du solvant.
- Ajouter au résidu obtenu 3 gouttes de chlorure de fer (III) et observer si il y a coloration de ce résidu.(Annexe I et II)

2 : Méthodes quantitatives

- **Méthode spectrophotométrique :**

- **Principe**

L'acide benzoïque est extrait de l'échantillon préparé en utilisant de l'éther d'éthylique et l'absorbance de la couche d'éther est mesurée à 272 nm, 267,5 nm et 276,5 nm dans la région UV. A partir de l'absorbance corrigée et du graphique d'étalonnage obtenu en utilisant une solution standard d'acide benzoïque, la quantité d'acide benzoïque est déterminée.

- **Procédure :**

- (a) **Préparation de la courbe standard :**

- Préparer une solution d'acide benzoïque dans de l'éther contenant 50 mg
 - Déterminer l'absorbance de cette solution dans une cellule hermétiquement bouchée dans Beckman DU ou un spectrophotomètre d'enregistrement entre 265 et 280 nm à des intervalles de 1 nm. Tracez l'absorbance par rapport à la longueur d'onde et enregistrez la longueur d'onde minimale à environ 267,5 nm comme point B. Autre minimum à environ 276,5 nm comme point D et maximum à environ 272 nm comme point C.
 - Préparer une solution d'acide benzoïque dans de l'éther contenant 20, 40, 60, 80, 100 et 120 mg /l. Déterminer l'absorbance de ces solutions dans un spectrophotomètre aux points B, C et Pour chaque concentration, l'absorbance moyenne à la bande D soustraire l'absorbance à C.

- Tracez la différence par rapport à la concentration pour obtenir la courbe standard.

(b) Préparation de l'échantillon :

- Mélanger soigneusement l'échantillon.
- Transférer 10 g ou 10 ml dans le séparateur et diluer à 200 ml avec une solution saturée de ACL. Rendre la solution définitivement acide au tournesol avec HCl et bien mélanger.

(c) Détermination :

- Extraire les solutions préparées avec des portions de 70, 50, 40 et 30 ml d'éther diéthylique, en agitant bien pour assurer une extraction complète (casser les émulsions en les laissant reposer, en les agitant ou en les centrifugeant).

- Égoutter et jeter la phase aqueuse. Laver les extraits d'éther combinés avec des portions de 40 et 30 ml de HCl (1 + 1000) et jeter le liquide de lavage à 1 ' HCl (si l'extraction ne nécessite aucune purification, passer au paragraphe suivant).

- Extraire la solution d'éther avec des portions de 50, 40, 30 et 20 ml d'hydroxyde d'ammonium à 0,1% et jeter l'éther.

- Neutraliser les extraits d'hydroxyde d'ammonium combinés avec HCl et ajouter 1 ml d'excès. Extraire la solution acidifiée avec 70, 50, 40 et 30 ml d'éther.

- Diluer les extraits d'éther combinés à 200 ml avec de l'éther et déterminer l'absorbance dans une cellule hermétiquement bouchée dans un spectrophotomètre aux longueurs d'onde B, C et D, en diluant avec de l'éther si nécessaire pour obtenir une concentration optimale de 20-120 mg / l.

- Moyenne des absorbances en B et D, soustraire cette valeur de l'absorbance à C.

- Déterminer la concentration d'acide benzoïque de la courbe standard corrigeant les dilutions.

Acide benzoïque $\times 1,18 =$ benzoate de sodium

IV-5- Dosage de l'acide citrique

1 : Méthode quantitative

Méthodes qui permettent de quantifier une substance recherchée dans un échantillon.

➤ Méthode titrimétrie

Méthodes de détermination de la concentration inconnue d'un échantillon par une substance de concentration connue.

- **Principe :** Au cours de la neutralisation d'un acide par une base forte, le pH varie progressivement en suivant une coloration en présence d'un indicateur coloré la phénolphthaléine qui a pour but de détecter le terme du titrage et de déterminer ainsi le volume du titrant ajouté pour atteindre la neutralisation totale (point équivalent) ainsi calculé la concentration de l'acide citrique.

- **Préparations des échantillons :**

- Prendre 10ml d'échantillon (boisson gazeuse et jus/nectar) bien agité. Pour la boisson gazeuse afin d'éliminer le CO₂, mettre à ébullition sur une plaque chauffante, et on ajoute 3 gouttes de phénolphthaléine.
- Titrez avec la solution de NaOH 0,02N jusqu'au virage de couleur rose.
- Au cours du titrage colorimétrique de l'acide citrique à partir de V_A=10,0mL de limonade dégazée à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium de concentration de C_B=2,00.10⁻² mol/L ou 0.02N en présence de phénolphthaléine jusqu'au virage au rose. (Annexe I et II)

On applique la loi suivante afin de déterminer la concentration de l'acide citrique comme suite :

$$C_A \times V_A = C_B \times V_B$$

- ✓ C_A = concentration d'acide citrique (mol/L) /ou en normalité(N)
- ✓ V_A = volume de l'échantillon (L)
- ✓ C_B = concentration de la solution d'hydroxyde de sodium (normalité N)
- ✓ V_B = volume de NaOH utilisé pour la titration (L)

Mais comme l'acide citrique est un triacide on rectifie la loi comme suite :

$$3 C_A \times V_A = C_B \times V_B$$

Ainsi on calcul la concentration en acide citrique des échantillons (C_A) comme suite :

$$C_A = \frac{C_B \times V_B}{3 \times V_A}$$

IV-6- Dosage de l'acide sorbique et sorbates

➤ **Méthode colorimétrique :**

• **Principe :**

L'échantillon acidifié contenant de l'acide sorbique est distillé à la vapeur et le distillat à la vapeur est oxydé avec du bichromate de potassium en malonaldéhyde qui est couplé avec de l'acide thiobarbiturique TBA pour donner un produit de couleur rouge qui absorbe à 532.

• **Mode opératoire**

- Peser un échantillon de 50 g dans un ballon de distillation à vapeur de 1 litre. Ajouter 100 g de sulfate de magnésium et 100 ml d'acide sulfurique 1N.
- Placer 10 ml de NaOH 1N dans le récepteur de distillation à vapeur.
- Distiller rapidement à la vapeur (Remarque - ne pas chauffer le ballon de distillation).
- Recueillir environ 450 ml de distillat en 30 min environ.
- Refroidir et transférer le distillat dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 15 ml d'acide sulfurique 1 N et porter au volume avec de l'eau.
- Mélanger. Pipeter 2 ml dans un tube à essai et ajouter 2 ml de solution de bichromate. Chauffer au bain-marie bouillant pendant 5 minutes.
- Ajouter 2 ml de solution TBA et chauffer au bain-marie bouillant durant 10 min.

- Refroidir rapidement et transférer dans une fiole jaugée de 50 ml avec de l'eau. Mettre au volume avec de l'eau. Mesurer l'absorbance de la solution à 532 nm en utilisant une cuvette de 1 cm et de l'eau comme référence.
-
- **Préparation d'une courbe standard comme suite :**
 - Dissolvez 1,0 g d'acide sorbique dans un petit volume de NaOH 1 N et complétez à 1 litre avec de l'eau. Il s'agit de la solution mère (1 mg / ml).
 - Préparer un blanc et 3 solutions de travail en pipettant d'abord 25 ml de la solution mère dans une fiole jaugée de 500 ml (50 µg / ml) et en diluant au volume avec de l'eau.
 - Pipeter ensuite 0,0 ml, 10,0, 20,0, 50, 0 et 80,0 de cette solution dans cinq fioles jaugées de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau (plage de 0, 5, 10, 25 et 40 µg / ml).
 - Pipeter 2 ml de chacun des standards de travail et des blancs dans 5 tubes à essai et continuer comme dans la procédure ci-dessus, en commençant par l'ajout de bichromate.
 - Tracer l'absorbance vs µg d'acide sorbique pour une courbe standard (µg d'acide sorbique = 0, 10, 20, 50, 80 en aliquotes de 2 ml)

Acide sorbique (ppm) = A x 500

S 2 Où A = µg d'acide sorbique correspondant à l'absorbance de l'échantillon, tiré de la courbe standard

S = poids de l'échantillon en g

IV-7- Méthodes d'analyses de l'aspartame

1 : Méthode qualitative

- **Principe :**

La coloration par la ninhydrine est une méthode sensible qui est utilisée pour la détection des acides aminés qu'elle colore en violet à l'exception de la proline qu'elle colore en jaune mais aussi de la détection et du dosage de l'aspartame. La réaction de

l'aspartame avec la ninhydrine donne une couleur rose violette pour l'échantillon. La méthode colorimétrique peut être utilisée pour la détection de grande quantité d'aspartame.

- **Préparation de l'échantillon :**

Faire dissoudre 1 ml d'échantillon (boisson gazeuse et/ou jus, nectar) dans l'eau et ajouter 0,5 ml de tampon phosphate d'acétonitrile (pH 3,7). Laisser-le reposer pendant 5 minutes puis ajouter 1 ml de solution de ninhydrine. Réchauffé dans l'air chaud du four pendant 7 min. L'aspartame donne une couleur rose violette.

La limite de la détection de cette méthode est de 7,5 microg (Annexe I et II)

2 : Méthode quantitative :

- **Analyses de l'aspartame dans les jus par HPLC :**

- **Préparation de solution de standard**

- Peser 25.20mg de poudre de standard d'aspartame.
- Diluer la quantité pesée dans 50ml d'eau pure acidifié par l'acide phosphorique.
- Diluer la solution de standard à une concentration voulue pour l'injection (pour l'analyse des édulcorants, la dilution est de 10-1)
- La solution de standard est prête pour l'injection

- **Préparation de l'échantillon**

- Filtration des jus à analysés
- A l'aide d'une micropipette, prélever un échantillon de 1ml
- Verser les échantillons dans les tubes spécifiques à l'appareil
- Mettre les échantillons dans l'appareil pour le dosage. (Annexe III)

- **Préparation de l'appareil d'HPLC :**

Les conditions chromatographiques :

- La phase mobile : acétonitrile /KH₂PO₄ /eau très pure (bidistillée)
- Détection : UV à 220 nm
- Volume d'injection : 20 µl
- Débit : 1ml / mn
- Température : Ambiante
- La durée d'analyse : 7 min

Calcul des concentrations de l'aspartame dans les échantillons analysés

$$C_{\text{aspartam}} = C_{\text{standard}} \times \frac{\text{Aire du pic de l'aspartam dans la solution échantillon}}{\text{Aire du pic de l'aspartam dans la solution standard}}$$

C standard : (prise d'essai en mg / 50) /10

Aire du pic de l'aspartam dans la solution échantillon : 490569

Aire du pic de l'aspartam dans la solution standard : (658931+659482) /2

V-1- Objectif du travail

La réalisation du test de dégustation sur trois marques différentes de jus ainsi que trois marques de boissons est afin de savoir si les produits sont acceptés ou rejetés par le consommateur en s'appuyant sur différents critères organoleptiques.

V-2- Présentation des produits

V-2-1- Fanta orange

Fanta orange est une boisson gazeuse aux arômes d'orange produit sucre partiellement édulcoré de type Sodas, une marque allemande commerciale produite et distribuée par Société The Coca-Cola Company.

- **Date de création** : 1940
- **Le lieu** : située à la zone industrielle Rouïba, Alger, Algérie.

Liste des ingrédients :

Eau, Sucre, Gaz co2

Régulateurs d'acidité : SIN 330, SIN 300

Emulsifiants : SIN 1450, SIN 445, SIN 444

Edulcorant : SIN 950, SIN 955

Conservateur : SIN 211

Arômes naturels et identique au naturelles

Colorants : SIN 110, SIN 102 (annexe IV)

Tableau XII : Information nutritionnelles pour 100 ml du Fanta orange.

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Valeur énergétique	133 KJ/ 31,4 Kcal
Protéine	0 g
Glucide	7,7 g
Dont sucre	7,7 g
Lipides	0 g
Dont acide gras sature	0 g
Sel	20,8 mg

V-2-2- Sprite

Sprite est une boisson gazeuse à base d'extraits de citron et de lime créée par The Coca-Cola Company en 1961 dont le pays d'origine c'est l'Allemagne. Son goût est proche de la limonade. C'est le produit directement concurrent du 7 Up de l'autre géant Américain du soda, PepsiCo. En 2020, Sprite revient avec le goût original en retirant tout édulcorants (stéviol) De la recette.

Sprite existe en version sans sucres et sans calorie : Sprite zéro.

- **Le lieu :** Conditionner par fruital Spa ; zone industrielle Rouïba, Alger, Algérie.

Ingrédients

Eau, sucre, Gaz co2

Régulateurs d'acidité : SIN 330, SIN 331, arôme naturel

Conservateurs: SIN 211

Edulcorants: SIN 950, SIN 955 (annexe IV)

Tableau XIII : Information nutritionnelles pour 100 ml du Sprite.

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Valeur énergétique	143 KJ / 34 Kcal
Protéine	0 g
Glucide	8,3 g
Dont sucre	8,3 g
Lipides	0 g
Dont acide gras sature	0 g
Sel	36,4 mg

V-2-3- Coca Zéro

Le Coca-Cola zéro sucres (ou « Coca-Cola zero sugar » en Belgique) anciennement « Coca-Cola zéro » est un dérivé de la boisson Coca-Cola. À l'instar du Coca-Cola light, la boisson ne contient pas de sucre et très peu de calorie.

Le goût diffère en essayant de se rapprocher du Coca-Cola classique. Le produit est sorti aux États-Unis en juin 2005 et le 18 janvier 2007 en France. Tout comme le Coca-Cola light, sa recette utilise de l'aspartame et de l'acésulfame K à la place du sucre.

Des boissons en ont dérivé :

- Coca-Cola zéro sucres cherry (2007 aux États-Unis et dans d'autres pays)
 - Coca-Cola zéro sucres Lèmon (2017 France)
 - Coca-Cola Zéro sucres Framboise (2017 France)
 - Coca-Cola zéro sucres vanille (2007 aux États-Unis, Canada, Suède et dans d'autres pays)
 - Coca-Cola zéro sucres sans caféine (2010)
 - Coca-Cola zéro sucres Pêche (2019 France)
- **Le lieu** : Conditionner par fruital Spa ; zone industrielle Rouïba, Alger, Algérie.

Ingrédients

Eau, gaz co2

Colorant : SIN 150 d

Régulateur d'acidité : SIN 338, SIN 331

Edulcorant : SIN 951, SIN 950, SIN 955

Extraits végétaux

Conservateurs : SIN 211, Caféine (annexe IV)

Tableau XV : Information nutritionnelles pour 100 ml du coca cola zéro.

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Valeur énergétique	0.89 KJ / 0,23 Kcal
Protéine	0 g
Glucide	0 g
Dont sucre	0 g
Lipides	0 g
Dont acide gras sature	0 g
Sel	28 mg

V-2-4- Tazej Orange

Est une boisson fruitée au jus d'orange de la société Golden Drink.

- **Le lieu** : Zone industrielle Taharacht, Akbou. Bejaïa, Algérie.

Liste des ingrédients :

Eau de source naturelle, sucre, concentrée d'orange, pulpe d'orange,

Additif alimentaire : arôme orange

Régulateur d'acidité : acide citrique

Antioxydant : acide ascorbique

Stabilisant : Carboxyméthylcellulose

Conservateur : Sorbet de potassium (annexe IV)

Tableau XV : Informations nutritionnelles pour 100ml de Tazej orange

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Énergie (kcal)	44 kcal
Glucides	11 g
Protéines	0,02 g
Matières grasses / Lipides	0,01 g
Sel	0,012 g
Vitamine C	255 mg
Fibre	0.18 g

V-2-5- Ramy light orange

Est une boisson à base de pulpe d'orange, sans sucre ajouté, riche en vitamines, fabriqué par TFC (Taiba Food Company).

- **Le lieu** : située à la zone industrielle Rouïba, Alger, Algérie.

Liste des ingrédients :

Eau traitée, concentré de jus et de pulpe d'orange, arôme,

Additifs alimentaires :

Régulateur d'acidité : SIN330

Stabilisant : SIN (415,466)
 Anti oxydant : SIN 300
 Colorant SIN : 160a,
 Emulsifiant : SIN (414, 444,445)
 Anti moussant : SIN 900a
 Edulcorant : SIN 951. (annexe IV)

Tableau XVI : Informations nutritionnelles pour 100ml de Ramy light orange

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Valeurs énergétique (kcal)	12.9 Kcal
Glucides	2,5 g
Protéines	0,5 g
Lipides	0,01 g

V-2-6- Candia nectar de grenade

Est un jus de grenade à base de concentré produit par SPA Tchén-Lait sous licence Candia S.A. France.

Liste des ingrédients :

Eau, jus de grenade à base de concentré, sucre. (annexe IV)

Tableau XVII : Informations nutritionnelles pour 100ml du Candia nectar de grenade.

Valeur nutritionnelle pour 100 ml	
Valeur énergétique	47 kcal/ 201 KJ
Protéines	0.04 g
Glucides Dont sucres	12 g 11.6 g
Lipides Dont acides gras saturés	0,04 g 0.03 g
Sel	0,001 g

V-2-3- Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle est une méthode permettant d'évaluer les qualités organoleptiques des aliments (aspect, odeur, arômes, texture, ...). Pour cela on utilise les cinq sens selon l'information recherchée (MARGERIN *et al.*, 2012).

- **Utilisation de l'analyse sensorielle**

- Amélioration de la qualité organoleptique d'un produit.
- La compréhension des caractéristiques sensorielle des produits et leurs influences sur les préférences du consommateur.
- La détermination de la capacité du consommateur a détecté les différences entre les produits (IFRAN, 2007)

- **Principe du test**

Le test que nous avons effectué est basé sur un certain nombre de caractéristiques notées sur une fiche de dégustation proposée au jury composé de trente personnes (Annexe III), il s'agit de présenter aux dégustateurs la même boisson.

Chaque échantillon des différents essais est présenté dans des gobelets en carton numérotés, puis on demande à chaque membre de jury d'effectuer une appréciation organoleptique portant sur la dégustation, l'olfaction, ainsi que l'identification visuelle.

Le choix de la formule était basé sur l'évaluation sensorielle.

V-2-4- Analyses physicochimiques

V-2-4-1- pH

Le pH correspond au logarithme négatif de la concentration en ions H⁺, il est la différence de potentiel existant entre deux électrodes plongées dans le produit.

La détermination de pH il sert à quantifier la concentration en ions H⁺ de jus qui lui confère son caractère acide ou basique. La mesure de pH est réalisée avec universal test paper. (Annexe IV)

➤ **Mode opératoire**

- Trempez une bandelette de test dans la boisson de test pendant une demi-seconde et comparez-la avec la couleur standard, le résultat est obtenu à l'aide des degrés de ph correspondantes à chaque rangé de couleur. (Annexe IV)

VI-1- Résultats d'analyses des paramètres physico-chimiques

VI-1-1- Le pH

Le potentiel d'hydrogène est l'une des variables utilisées pour caractériser les propriétés des milieux relativement facile à mesurer, il est utilisé dans de nombreux domaines comme variable opératoire, caractérisant du produit fini ou encore à des fins de contrôle de qualité. (BOUKHIAR, 2009).

La détermination du pH des denrées est très importante car il influence directement la conservabilité et les caractéristiques organoleptiques de celle-ci (CLINQUART, 1999).

Le pH des extraits aqueux est mesuré pour permettre l'interprétation de certains résultats d'activité biologique (AMIOUR, 2009).

Les valeurs du pH des six marques du jus et boissons sont représentées dans la (figure N°19) :

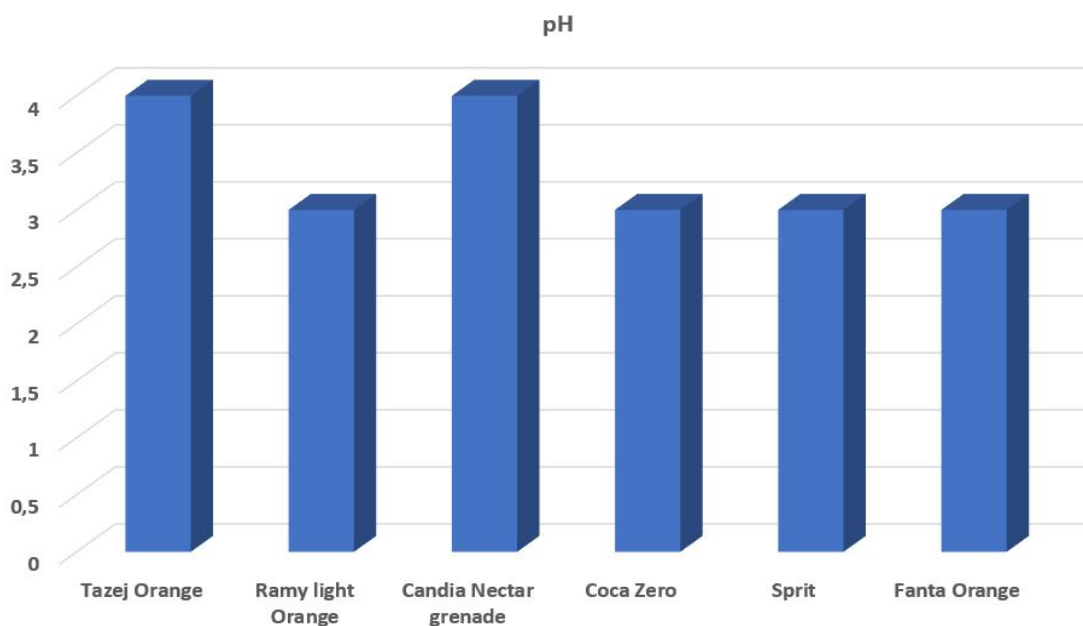


Figure N°19 : Résultats du pH des boissons et jus analysés.

On remarque que le pH de jus Tazij orange et Candia nectar de grenade est égale à pH 4. Le pH de Ramy light égale à pH 3, il est inférieur au celui des jus précédents.

Les valeurs du pH des boissons gazeuses (coca cola zéro, Sprite, Fanta orange) sont égaux à pH 3.

Cette distinction peut être due à la différence des espèces de fruit choisi ou bien la quantité de l'acide citrique ajouté.

Le pH acide permet de préserver la boisson contre les altérations microbiologiques (BENAÏSSA, 2011).

VI-2- Résultats de l'analyse sensorielle

VI-2-1- La couleur

Les résultats du test de dégustation concernant la couleur sont mentionnés dans la (figure N°20) :

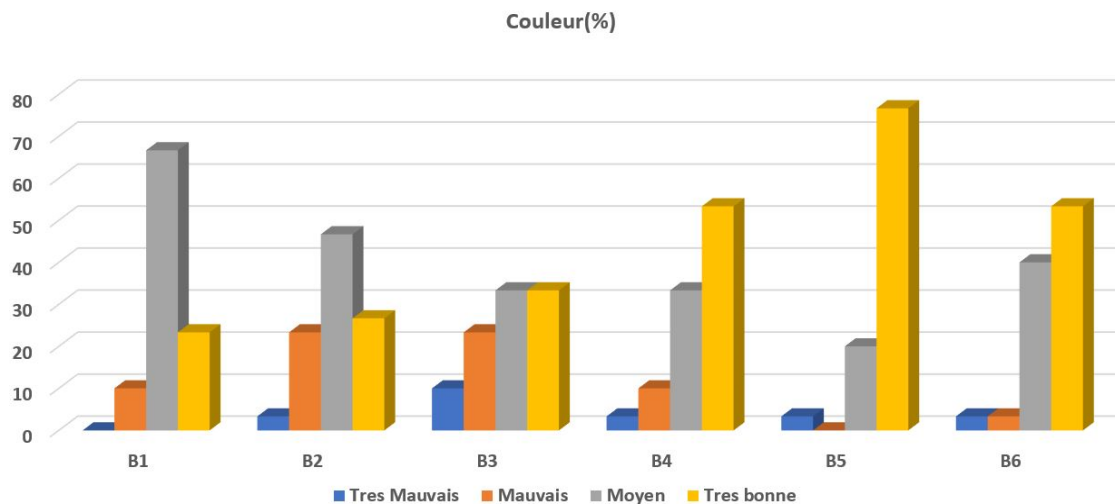


Figure N° 20 : Résultats de l'analyse sensorielle pour la couleur.

- **La boisson 1 :** a été jugée par le jury : 10% de mauvaise couleur, 67% de moyenne couleur, 23% de très bonne couleur.
- **La boisson 2 :** a été jugée par le jury : 3% de très mauvaise couleur, 23% de mauvaise couleur, 47% de moyenne couleur, 27% de très bonne couleur.
- **La boisson 3 :** a été jugée par le jury : 3% de très mauvaise couleur, 23% de mauvaise couleur, 33% de moyenne couleur, 33% de très bonne couleur.
- **La boisson 4 :** a été jugée par le jury : 3% de très mauvaise couleur, 10% de mauvaise couleur, 33% de moyenne couleur, 53% de très bonne couleur.

- **La boisson 5 :** a été jugée par le jury : 3% de très mauvaise couleur, 20% de moyenne couleur, 77% de très bonne couleur.
- **La boisson 6 :** a été jugée par le jury : 3% de très mauvaise couleur, 3% de mauvaise couleur, 40% de moyenne couleur, 53% de très bonne couleur.

D'après les résultats obtenus, on remarque des différences de couleur des six boissons qui sont dues à la différence de la composition de leurs matières premières.

De plus les boissons B4, B5 et B6 ont été appréciées et reçu des notations relativement élevées par les membres du jury pour ce paramètre.

VI-2-2- La consistance

Les résultats du test de dégustation concernant la consistance sont mentionnés dans la (figure N°21) :

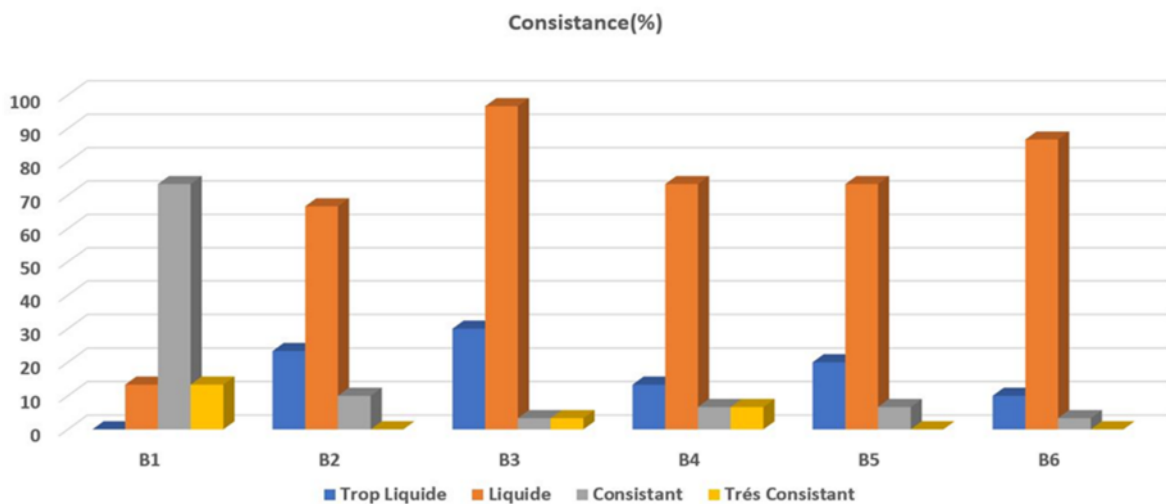


Figure N° 21 : Résultats de l'analyse sensorielle pour la consistance.

- **La boisson 1 :** a été jugée par le jury : 13% liquide, 73% consistant, 13% très consistant.
- **La boisson 2 :** a été jugée par le jury : 23% très liquide, 67% liquide, 10% consistant.
- **La boisson 3 :** a été jugée par le jury : 30% très liquide, 63% liquide, 3% consistant, 3% très consistant.
- **La boisson 4 :** a été jugée par le jury : 13% très liquide, 73% liquide, 7% consistant, 7% très consistant.

- **La boisson 5** : a été jugée par le jury : 20% très liquide, 73% liquide, 7% consistant.
- **La boisson 6** : a été jugée par le jury : 10% très liquide, 87% liquide, 3% consistant.

D'après les résultats obtenus, on remarque que B3 est une boisson a consistance liquide contrairement a la boisson B1 qui est une boisson consistante.

Ces différences entre les six boissons sont peut-être dues :

- ✓ A la dilution
- ✓ A la teneur initiale des boissons

VI-2-3- L'odeur

Les résultats du test de dégustation concernant l'odeur sont mentionnés dans la (figure N°22) :

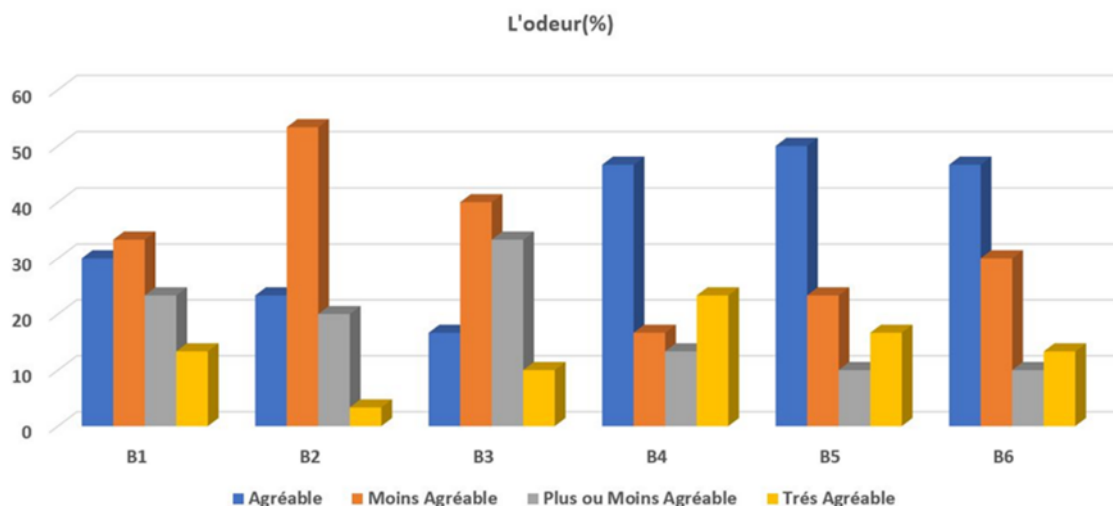


Figure N°22 : Résultats de l'analyse sensorielle pour l'odeur.

- **La boisson 1** : a été jugée par le jury : 30% d'odeur agréable, 33% d'odeur, 23% d'odeur plus ou moins agréable, 13% d'odeur très agréable.
- **La boisson 2** : a été jugée par le jury : : 23% d'odeur agréable, 53% d'odeur, 20% d'odeur plus ou moins agréable, 3% d'odeur très agréable.
- **La boisson 3** : a été jugée par le jury : : 17% d'odeur agréable, 40% d'odeur, 30% d'odeur plus ou moins agréable, 10% d'odeur très agréable.

- **La boisson 4** : a été jugée par le jury : : 47% d'odeur agréable, 17% d'odeur, 13% d'odeur plus ou moins agréable, 23% d'odeur très agréable.
- **La boisson 5** : a été jugée par le jury : : 50% d'odeur agréable, 23% d'odeur, 10% d'odeur plus ou moins agréable, 17% d'odeur très agréable.
- **La boisson 6** : a été jugée par le jury : : 47% d'odeur agréable, 30% d'odeur, 10% d'odeur plus ou moins agréable, 13% d'odeur très agréable.

Les résultats de l'analyse organoleptique concernant l'odeur montrent que les boissons B4, B5 et B6 sont les plus appréciées pour leurs agréables odeurs.

VI-2-4- Le goût

Les résultats du test de dégustation concernant le goût sont mentionnés dans la (figure N°23) :

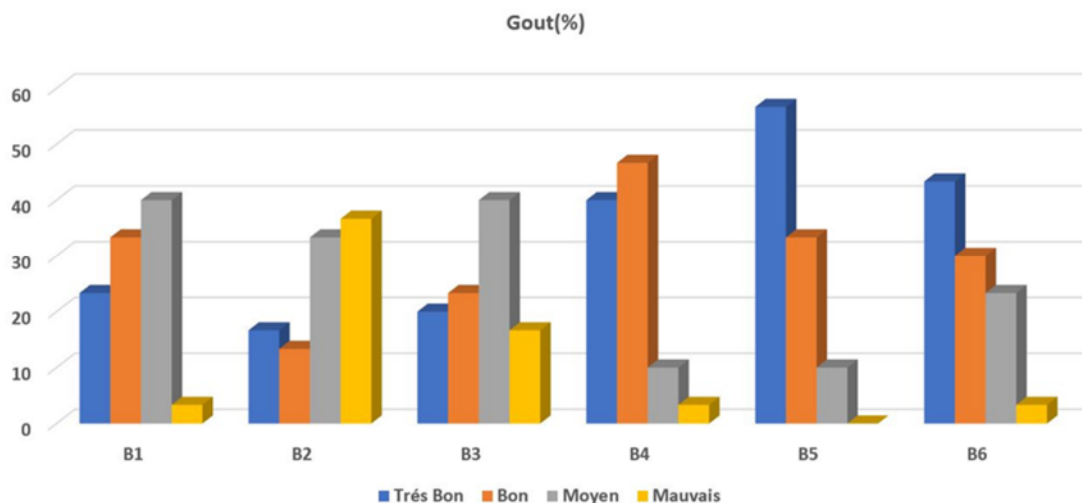


Figure N°23 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le goût.

- **La boisson 1** : a été jugée par le jury : 23% de très bon goût, 33% de bon goût, 40% de moyen goût, 3% de mauvais goût.
- **La boisson 2** : a été jugée par le jury : 17% de très bon goût, 13% de bon goût, 33% de moyen goût, 37% de mauvais goût.
- **La boisson 3** : a été jugée par le jury : 20% de très bon goût, 23% de bon goût, 40% de moyen goût, 17% de mauvais goût.
- **La boisson 4** : a été jugée par le jury : 47% de très bon goût, 43% de bon goût, 10% de moyen goût, 3% de mauvais goût.
- **La boisson 5** : a été jugée par le jury : 57% de très bon goût, 33% de bon goût, 10% de moyen goût.

➤ **La boisson 6** : a été jugée par le jury : 43% de très bon goût, 30% de bon goût, 23% de moyen goût, 3% de mauvais goût.

D'après les résultats obtenus, on remarque que le jury de dégustation a préféré le goût des boissons B4, B5 et B6 ; Cela est dû à la quantité des matières premières présentes et la composition des boissons.

VI-2-5- Le goût (Acidité)

Les résultats du test de dégustation concernant le goût (acidité) sont mentionnés dans la (figure N°24) :

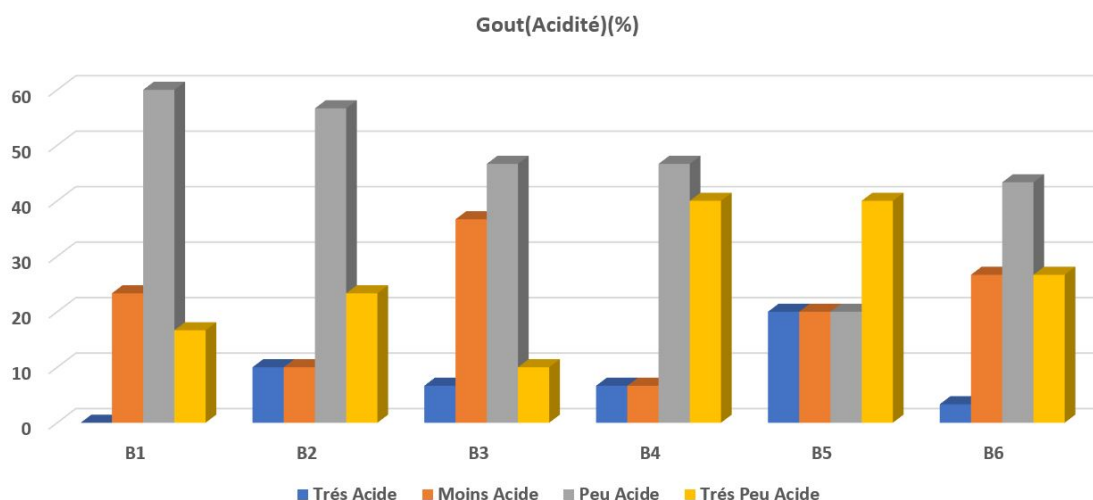


Figure N°24 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le goût (Acidité).

➤ **La boisson 1** : a été jugée par le jury : 23% de moyennement acide, 53% de peu acide et 23% de très peu acide.

➤ **La boisson 2** : a été jugée par le jury : 13% de très acide, 13% de moyennement acide, 43% de peu acide et 30% de très peu acide.

➤ **La boisson 3** : a été jugée par le jury : 3% de très acide, 37% de moyennement acide, 57% de peu acide et 3% de très peu acide.

➤ **La boisson 4** : a été jugée par le jury : 6% de très acide, 6% de moyennement acide, 37% de peu acide et 50% de très peu acide.

➤ **La boisson 5** : a été jugée par le jury : 20% de très acide, 20% de moyennement acide, 27% de peu acide et 33% de très peu acide.

➤ **La boisson 6** : a été jugée par le jury : 3% de très acide, 23% de moyennement acide, 47% de peu acide et 27% de très peu acide.

D'après les résultats obtenus suite au test de dégustation, on remarque que les boissons B1, B2 sont peu acides et les boissons B3 et B6 sont moyennement acides.

Cela est dû à la quantité de l'acide citrique additionner, la teneur en acides organiques de chaque fruit, la quantité de sucre et la quantité d'eau ajoutée.

VI-2-6- le goût (sucrée)

Les résultats du test de dégustation concernant le goût (sucrée) sont mentionnés dans la (figure N°25) :

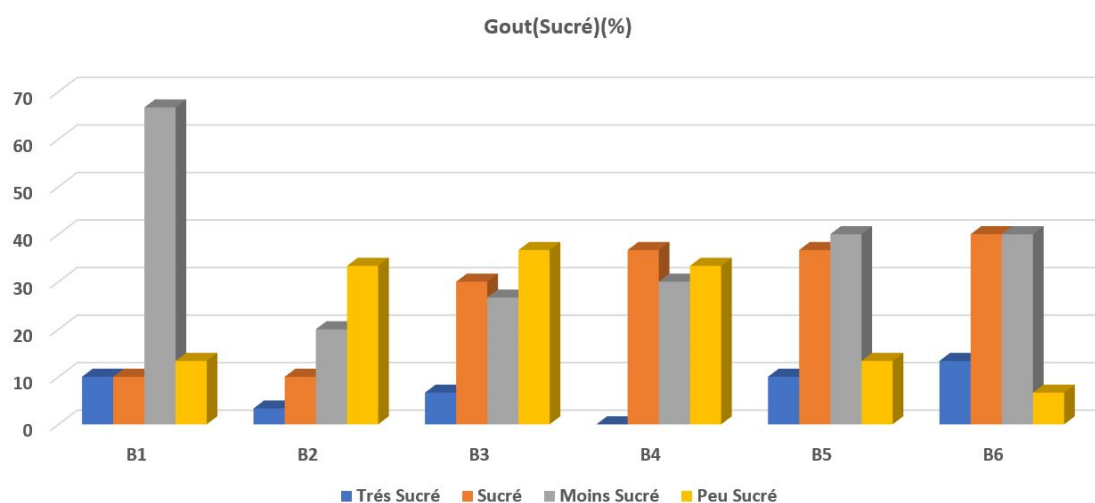


Figure N° 25 : Résultats de l'analyse sensorielle pour le goût (Sucré).

- **La boisson 1 :** a été jugée par le jury : 10% de très sucré, 10% de sucré, 67% moyennement sucré et 13% de peu sucré.
- **La boisson 2 :** a été jugée par le jury : 3% de très sucré, 10% de sucré, 23% moyennement sucré et 63% de peu sucré.
- **La boisson 3 :** a été jugée par le jury : 7% de très sucré, 30% de sucré, 27% moyennement sucré et 37% de peu sucré.
- **La boisson 4 :** a été jugée par le jury : 37% de sucré, 30% sucré et 33% de peu sucré.
- **La boisson 5 :** a été jugée par le jury : 10% de très sucré, 37% de sucré, 40% moyennement sucré et 13% de peu sucré.
- **La boisson 6 :** a été jugée par le jury : 13% de très sucré, 40% de sucré, 40% moyennement sucré et 27% de peu sucré.

D'après les résultats de l'analyse organoleptique concernant le goût (sucré), on remarque que les boissons B2 et B3 sont peu sucrées tandis que les boissons B4, B5 et B6 sont jugées sucrées cela montre que les édulcorants additionner y compris l'aspartame (E951) et l'acésulfame K (E950) présent dans ces boissons qui leur confèrent le goût sucré.

VI-2-7- Pulposité

Les résultats du test de dégustation concernant la pulposité sont mentionnés dans la (figure N°26) :

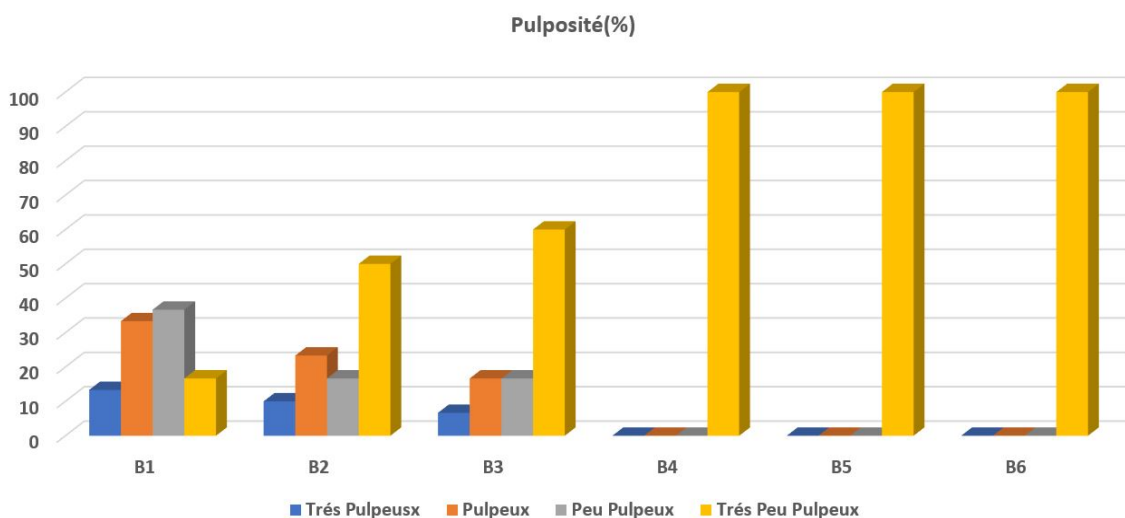


Figure N° 26: Résultats de l'analyse sensorielle pour la pulposité.

- **La boisson 1 :** a été jugée par le jury : 13% de très pulpeux, 33% de pulpeux, 37% de peu pulpeux, 17% de très peu pulpeux.
- **La boisson 2 :** a été jugée par le jury : 10% de très pulpeux, 23% de pulpeux, 17% de peu pulpeux, 50% de très peu pulpeux.
- **La boisson 3 :** a été jugée par le jury : 7% de très pulpeux, 17% de pulpeux, 17% de peu pulpeux, 60% de très peu pulpeux.
- **La boisson 4 :** a été jugée par le jury : 100% de très peu pulpeux.
- **La boisson 5 :** a été jugée par le jury : 100% de très peu pulpeux.
- **La boisson 6 :** a été jugée par le jury : 100% de très peu pulpeux.

Les résultats de l'analyse organoleptique concernant la pulposité montrent que boissons B4, B5 et B6 qui sont très peu pulpeux contrairement à la boisson B1 qui présente la

caractéristique pulpeuse cela est expliqué par la teneur initiale de la boisson, son effet de dilution et la nature de la boisson soit un jus ou une boisson gazeuse.

VI-2-8- Amertume

Les résultats du test de dégustation concernant l'amertume sont mentionnés dans la (figure N°27) :

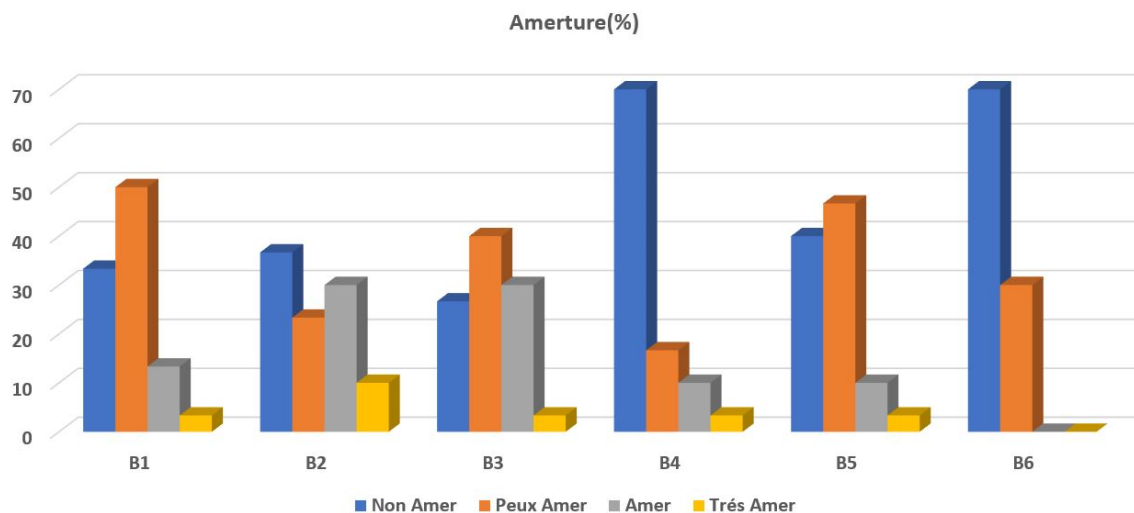


Figure N°27 : Résultats de l'analyse sensorielle pour l'amertume.

- **La boisson 1** : a été jugée par le jury : 33% de non amer, 50% de peu amer, 13% d'amer, 3% de très amer.
- **La boisson 2** : a été jugée par le jury : 37% de non amer, 23% de peu amer, 30% d'amer, 10% de très amer.
- **La boisson 3** : a été jugée par le jury : 27% de non amer, 40% de peu amer, 30% d'amer, 3% de très amer.
- **La boisson 4** : a été jugée par le jury : 70% de non amer, 17% de peu amer, 10% d'amer, 3% de très amer.
- **La boisson 5** : a été jugée par le jury : 73% de non amer, 13% de peu amer, 10% d'amer, 3% de très amer.
- **La boisson 6** : a été jugée par le jury : 67% de non amer, 33% de peu amer.

Les résultats de l'analyse organoleptique concernant l'amertume montrent que les boissons B4 et B6 ne sont pas amers, cela est dû à l'absence de l'écorce.

VI-2-9- Préférence

Les résultats du test de dégustation concernant la préférence sont mentionnés dans la (figure N°28)

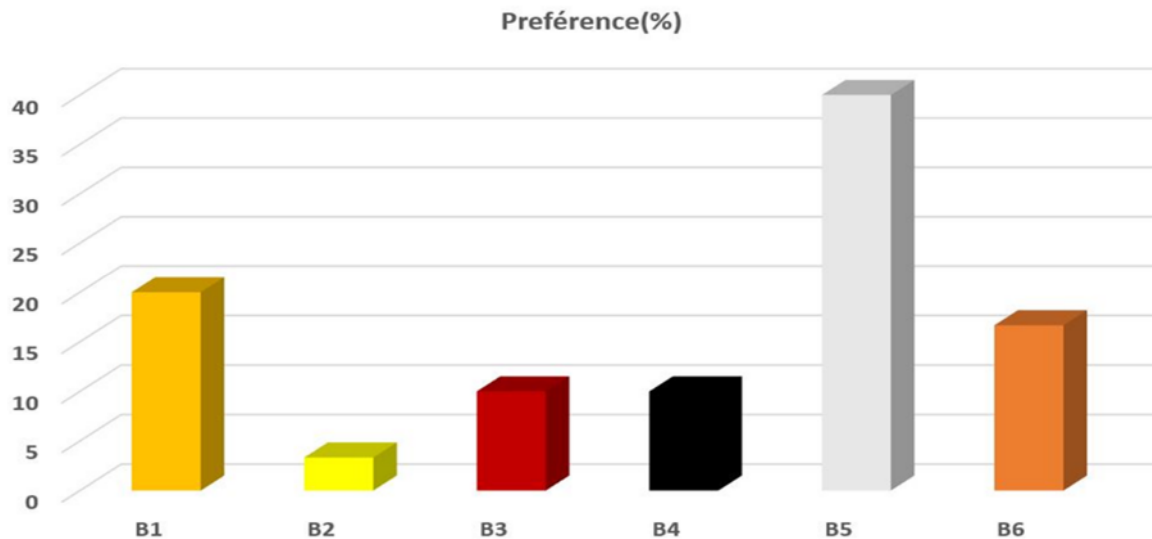


Figure N°28 : Résultats de l'analyse sensorielle pour les préférences.

- **La boisson 1** : a été jugée 20 % de préférence par le jury.
- **La boisson 2** : a été jugée 3% de préférence par le jury.
- **La boisson 3** : a été jugée 10% de préférence par le jury :
- **La boisson 4** : a été jugée 10% de préférence par le jury.
- **La boisson 5** : a été jugée 40% de préférence par le jury.
- **La boisson 6** : a été jugée 17% de préférence par le jury.

En ce qui concerne l'analyse sensorielle, les résultats du test de dégustation montrent que les jurys dégustateurs ont bien apprécié les boissons B1, B5 et B6, cela est dû à la qualité des matières premières et les préférences organoleptiques.

Les aliments sont répartis en catégories en fonction de leurs qualités nutritives et de leurs compositions. Selon cette composition, ils apportent, en effet, différents nutriments essentiels au bon fonctionnement du corps humain. Les aliments n'ont évidemment pas tout le même goût ou la même couleur et nous attirent donc plus ou moins.

Les technologies de transformation des aliments crus notamment les fruits en produits dérivés occupent une place importante dans l'industrie agroalimentaire. Ces pratiques sont généralement accompagnées par l'incorporation et l'ajout de différents composés chimiques notamment les additifs alimentaires suite aux avantages qu'ils présentent dans la conservation et l'amélioration des caractéristiques organoleptiques des produits dérivés.

Les conservateurs sont non seulement utilisés en mélange mais aussi en complémentarité avec des agents physiques comme la chaleur ou le froid pour les synergies les plus fréquemment utilisées afin de maintenir la qualité microbiologique et organoleptique des produits alimentaires.

Les édulcorants sont employés dans les produits alimentaires afin de leurs donner une saveur sucrée sans apport de calorie ainsi ils permettent de remplacer les sucres à pouvoir énergétique élevé par des équivalents gustatifs à pouvoir énergétique bas.

Le présent travail a pour intérêt de confirmer l'acceptation ou le rejet des boissons et jus analysés par le consommateur ; en s'appuyant sur une analyse sensorielle qui regroupe différents critères organoleptiques y compris : la composition, la consistance, la couleur, le goût et l'odeur.

La mesure de pH a révélé que les boissons sont acides, ce qui leurs confèrent une bonne protection contre les microorganismes, et une teneur en acidité titrable importante qui met en évidence sa richesse en acides organiques.

Les additifs ne sont qu'un élément de l'alimentation, ils sont un moyen contrôlable et contrôlé de la qualité et de la disponibilité alimentaire. Leur emploi dans l'avenir sera lié aux contraintes technologiques et aux exigences des consommateurs.

Les références bibliographiques

ABDULMUMEEN H. A., RISIKAT A. N. et SURURAH A. R. (2012). Food: its preservatives, additives and applications. International Journal of Chemical and Biochemical Sciences, 1, 36-47.

AFNOR (1986). Jus de fruits et de légumes: spécification et méthodes d'analyse. 2^{ème} éd, Tour Europe, Paris, 155 p.

AKKOUCHE T., CHIKHAOUI K. (2018). Caractérisation d'une variété de melon (*Cucumis melo-L*) et essais de préparation des boissons nectars à base de deux fruits (Melon et mandarine). Mémoire de fin de cycle en vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences

Alimentaire, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

ANDRE, M. L. (2013). Les additifs alimentaires. Edition Jouvence

ANONYME. (2013). Scientific opinion on the re-evaluation of Aspartame (E 951) as a Food Additive. EFSA Panel on Food Additives and Nutrient Sources Added to Food (ANS). EFSA Journal 2013, 11 (12), 3496. Parma.

ANONYME¹. (1989). Noms de catégorie et système international de numérotation des additifs alimentaires CAC/GL 36-1989. Adopté en 1989, révision en 2008, amendement en 2015.

AOAC. (2000). Méthode officielle 910.02 (b) et (c) Acide benzoïque dans les aliments / poires Composition et analyse des aliments 9^e éd., 1991, page 83 / Méthodes manuelles d'analyse des adultérants et des contaminants dans les aliments. IC MR 1990, page 34.

AOAC. (2000). Méthode officielle 960. 38 Acide benzoïque dans les aliments et boissons non solides - Méthode spectrophotométrique / Méthodes manuelles d'analyse des adultérants et des contaminants dans les aliments I.C.M.R 1990, page 36.

APREA, C et al.(2008). Arch Environ Contam Toxicol .P. 55, 329–340.

AZEM S., CHABANE N. (2016). Analyses physico-chimiques de trois marques du jus d'orange et dosage de l'aspartame et du benzoate de sodium. En vue de l'obtention de diplôme de Master en Sciences Agronomiques, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

BAKIRI S., M'ZALI M. (2013). Toxicité des additifs alimentaires. En vue de l'obtention du diplôme de docteur en pharmacie spécialisée en institut de médecine et pharmacie (UMMTO), Tizi- Ouzou.

BEAUREGARD J. (2009). Encyclopédie visuelle des aliments, édition Québec Amérique, guide pratique de l'alimentation.

BENAISSA A. (2011). Etude de la qualité microbiologique des viandes cameline et ovine conservées selon différents modes. Mémoire de magistère, UKM Ouargla .PP 50.

Références bibliographiques

- BOURGEOIS C.M. (1984)** . Additifs conservateurs (antibactériens, antifongiques). In Multon J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires. Ed.Apria , Paris 143-159.
- BOURGEOIS C.M. (1992)**. Additifs conservateurs (antibactériens, antifongiques). In Multon J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. 2ème Ed. Technique et documentation-Lavoisier, Paris, pp. 169- 190.
- BRANEN A. L ., HAGGERTY R. G. (2001)**. Introduction to food additives; in: «Food Additives» ed. Food Science and Technology, 2nd ed., Taylor and Francis, New York.
- CARDELLINA, JH., MEINWALD, J. (1980)** Isolation of parasorbic acid from the cranberry plant, *Vaccinium macrocarpon*, *Phytochemistry*, 19, 10 .
- CAROCHO M., BARREIRO M. F., MORALES P., et FERREIRA I. C.F.R. (2014)**. Adding molecules to food, pros and cons: a review on synthetic and natural food additives. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 13 (4), 377-399
- CAROCHO M., FERREIRA I.C.F.R. (2013)**. A review on antioxidants, prooxidants and related controversy: natural and synthetic compounds, screening and analysis methodologies and future perspectives. *Food and Chemical Toxicology*, 51, 15-25.
- CHAN P. N. A. (2014)**. Chemical properties and applications of food additives: flavor, sweeteners, food colors, texturizers; in «Handbook of Food Chemistry» ed. Food Science, 1st ed., Springer Berlin Heidelberg.
- CODEX ALIMENTAARIUS.(2014)**. Norme générale pour les additifs alimentaires Codex Stan 192-1995.
- DHARMADHIKARI, M., Am. J. (1975)** . Enol. Vitic .
- DAVIDSON, PM., JOHN, N., SOFOS et al (2005)**. . Antimicrobial In food. Taylor and Francis group, 3 éditions. Branen.
- ECKERT R., RANDALL D., BURGGREN W et FRENCH k. (1999)**. Physiologie animale mécanismes et adaptations , De boek université, Paris (Bruxelles).
- ELATYQY M. (2005)**. Additifs alimentaires. Azaquar. Com.
- F.A.O. (1991)**. Manuals of Food Quality Control 1986, 14/7, page 60 / Pearsons Composition and Analysis of Foods, 9th edn, page 89.
- GALLEN C., J PLA. (2013)**. Allergie et intolérance aux additifs alimentaires. *Revue françaisend'allergologie* 53 (2013) S9-S18.
- GERGELY N., ANDREA B., GYÖRGY S et ZOLTÁN S. (2019)**. Nanodisperse gold catalysts in oxidation of benzyl alcohol: comparison of various supports under different conditions, *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, vol. 128, no 1, p. 71–95 .

- GOMBAULT L.N. (2014).** Sodium benzoique et MIT. Monographie, Université du Guébec à Chicoutimi.
- GOMORI, G.(1955)** .16 Preparation of buffers for use in enzyme studies. Methods in Enzymology ,Volume 1.
- GOUGET C. (2011).** Additifs alimentaires: danger.
- HARRAR, V., SPENCE C. (2013).** The taste of cutlery : how the taste of food is affected by the weight, size, shape, and colour of the cutlery used to eat it . 2 édition, Flavour.
- HARTMAN PE. (1983).** Putative mutagens and carcinogens in foods. sorbate and sorbate-nitrite interactions.
- IFRAN H. (2007).** Sensory Evaluation Techniques. Al Ghurair Food, Muscat-Oman, pp:21.
- INETIANBOR J. E., YAKUBU J. M. et EZEONU S. C. (2015).** Effects of food additives and preservatives on man- a review. Asian Journal of Science and Technology, 6 (2), 1118-1135.
- JECFA (1980).** Toxicological evaluation of certain food additive : aspartame, WHO food additive series No 15, report series No 653.
- JERNEJ, K., VANDRAMIN, M et CIMERMAN, A. (1989).** Aspergillus niger Lipid Composition of in Citric Acid Accumulating and Onaccumulating Condition. In Enzyme. Microbial, Technol, Vol,1.
- STEVENSON J. , ALLI. (2007)** .Etude relatée dans Le Monde .Université de Southampton, in The Lancet.
- Kehal F. (2013).** Utilisation de l'huile essentielle de *Citrus limon* agent conservateur et aromatique dans la crème fraîche. Thèse de Magister. Université Constantine1. P : 16.
- LEDMYA, H., ERCHICH, F. (1992).** Essai de Production d'Acide Citrique par Aspergillus niger Cultivée sur Saccharose . Mémoire Ingénieur en génie biologique: U.S.T.H.B, Alger.
- LINDEBERG, GA.(1987).** « Convenient Synthesis of Aspartame ». Journal of Chemical Education.
- LÜCK, E., JAGER, M RACZEK. N. (2000) .** Acide sorbique, Dans l'Encyclopédie de chimie industrielle d'Ullmann, Wiley-VCH, Weinheim.
- MAHUNGU S. M. et ARTZ W. E. (2001).** Emulsifiants; in: «Food Additives» ed. Food Science and Technology, 2nd ed., Taylor and Francis, New York.
- MARGERIN J., NICOLASE., PETITA., GUERIN C., HERIA L., LORRAIN L., ARTAUX M., BEFONDS Q., BUGNET A. et CHAHDI C. (2012).** Elaboration d'une boisson fermentée sans alcool à base de mirabelle. Rapport Projet Professionnel Groupe 16, P :13.

MASON, L., GAUNT, I. F., HARDY J., KISS, I. S et GANGOLLI, S. D. 1976 Long-term toxicity of parasorbic acid in rats, *Food and Cosmetics Toxicology*, 14, 5.

MOHAMED H., ABD EL –WAHAB F et SALAH MARAM G. (2012). « Toxicology and Industrial Health », Toxic effects of some synthetic food colorants and /or flavor additives.

MOLL, MM. (2000) . Précis des risques alimentaires , Paris.

MOLINE M.F. (1987). Toxicité des additifs alimentaires, cas du BHT, du BHA et de l'acide sorbique, Thèse doctorat pharmacie, Toulouse 3.

MOORADIAN A D., SMITH M. et TOKUDA M. (2018). The role of artificial and natural sweeteners in reducing the consumption of table sugar: A narrative review, *Clinical Nutrition ESPEN* 18, 1- 8.

MORETTI, E., FELIPPONE, F. (2000). Acide citrique par fermentation.

MSAGATI, T.A.M. (2013). Chemistry of Food Additives and Preservatives. 1st Ed., John Wiley & Sons, Ltd. The Atrium, Southern Gate, Chichester.

MULTON J. L. (2009). Additifs et Auxiliaires de Fabrication dans les IAA. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, Paris.

MULTON J-L . (1992). Additifs et Auxiliaires de Fabrication dans les IAA. Ed. Technique et documentation , Lavoisier, Paris

NANTACHIT K., PUTIYANAN S. et PHOOWIANG P. (2008). Identification and Determination Methods of Aspartame. *Thai Pharmaceutical and Health Science Journal*, 3(2), 214-218.

NARASIMHAN , B et al. (2007) . *Med Chem Lett* .

PANDEY R. M., UPADHYAY S. K. (2012). Food Additive; in: « Food Additive » 1st ed., In Tech, Rijeka, Croatia.

PARK, M. (2009). Risk assessment for the combinational effects of food color additives: neural progenitor cells and hippocampal neurogenesis ». *Journal of Toxicology and Environmental Health , Part A*, 72.21–22.

PENNISTON, LK., NAKADA, SY., HOLMES, RP et DEAN, G. ASSIMOS. (2006). Quantitative Assessment of Citric Acid in Lemon Juice, Lime Juice, and Commercially-Available Fruit Juice Products , *Journal of Endourology*, vol. 22, n° 3.

Règlement (CE) No 1333/2008 du parlement européen et du conseil 16 décembre 2008 sur les additifs alimentaires. *Journal officiel de l'Union européenne*, L 354, 16 -33.

REYNAL, B. (2009). Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. 4 édition, Lavoisier.

Ritu., Sharma M., Shelly. et Sharma Mi.(2015). Aspartame Determination in Soft Drinks. *International Journal for Research in Emerging Science and Technology*, VOLUME-2, 41-44.

R. J. HENDY., J. HARDY., I. F. GAUNT., I. S. KISS et K. R. BUTTERWORTH. (1976). Long-term toxicity studies of sorbic acid in mice, *Food and Cosmetics Toxicology*, vol. 14, n° 5, , p. 381–386 .

SALMINEN S., HALLIKAINEN A. (2001). Sweeteners; in: «Food Additives» ed. *Food Science and Technology*, 2nd ed., Taylor and Francis, New York.

SERGEEVA, Ya. E. et al. (2009). *Microbiology*. 78, No.

SEVCAN M., DENIZ Y., FATMA Ü et SERKAN Y. (2010). Does potassium sorbate induce genotoxic or mutagenic effects in lymphocytes?. *Toxicology in Vitro*, vol. 24, no 3, , p. 790–794.

SHANKAR P., AHUJA S. et SRIRAM K. (2013). Non-nutritive sweeteners: review and update. *Nutrition*, 29 (11-12), 1293- 1309.

SILVA M. M., LIDON F. C.(2016). Food preservatives- an overview on applications and side effects. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 28(6), 366-373.

SUGITA Y. H. (2001). Flavor enhancers; in: «Food Additives» ed. *Food Science and Technology*, 2nd ed., Taylor and Francis, New York.

TIGHRINE A. (2019). Recherche et dosage de quelques additifs alimentaires sur les produits dérivés de fruits, effet sur la santé et comparaison aux normes : optimisation et validation des méthodes analytiques. Thèse de doctorat 3^{ème} cycle LMD, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

TOMASKA L. D. et BROOKE-TAYLOR S. (2014). Food Additives: Food Additives - General. Reference Module in Food Science, *Encyclopedia of Food Safety*, 2, 449- 454.

TRIZZANI. (2004). Edulcorants intenses de synthèse : Aspartame.

WINKLER, C., et al. (2006). *Food and Chem. Toxicology*.

ZHENG, J., XIAO, F., QIAN, LM et ZHOU, ZR. (2009). Comportement à l'érosion de l'émail dentaire humain dans une solution d'acide citrique. *Tribologie internationale*.

Sites internet :

<http://genie-alimentaire.com/spip.php?rubrique22>

<https://sites.google.com/site/lesadditifsalimentairesmd/introduction>

Annexe I

- **Liste des réactifs chimiques**

Réactifs	Formules chimique
L'acide Chlorhydrique 0,1%	HCl
L'éther d'éthyle	C ₄ H ₁₀ O
Chlorure ferrique	FeCl ₃
Phénolphaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄
Hydroxyde de sodium 0,02N	NaOH
Ninhydrine	C ₉ H ₆ O ₄
Acétonitrile	C ₂ H ₃ N
Phosphate de potassium	KH ₂ PO ₄
Acide phosphorique	H ₃ PO ₄
Ethanol à 95%	C ₂ H ₆ O

- **Composition des réactifs de l'analyse de l'acidité titrable :**

solution de phénophtaléine (0,1%)

Phénophtaléine 0,1g

Ethanol 50 ml

Solution de la soude (NaOH) à 0,1N

Soude 4g

Eau distillée 1000 ml

Annexe II

- **Préparation du réactif au chlorure ferrique ou chlorure de fer (III) :**

Ce réactif est préparé à partir de 0.5g de chlorure de fer(III) qui ont été dissouts dans 100ml d'eau distillé afin d'obtenir une concentration de 0,5%.

La solution d'acide chlorhydrique à 0,1%, on versant un volume $V = 0,1\text{ml}$ d'acide chlorhydrique dans 90ml d'ED .

- **Préparations des réactifs pour l'acide citrique :**

On prépare une solution d'hydroxyde de sodium NaOH 0,02N Par la dissolution de 0,2g de NaOH dans 250ml d'ED comme suite : $PM = 40\text{g}$

$$\begin{array}{l}
 40\text{g} \longrightarrow 1\text{mol} \longrightarrow 1000\text{ml} \\
 X \longrightarrow 0,02\text{mol} \longrightarrow 250\text{ml}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 40\text{g} \\ X \end{array}} \right\} X = 0,8\text{g} \longrightarrow 1000\text{ml}$$

$$\begin{array}{l}
 0,8\text{ g} \longrightarrow 1000\text{ml} \\
 X \longrightarrow 250\text{ ml}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 0,8\text{ g} \\ X \end{array}} \right\} X = 0,2\text{g}$$

Une solution de phénolphtaléine destinée pour un titrage d'un acide faible (acide citrique) par une base forte (hydroxyde de sodium) a pour concentration 0,1N, débute par la dissolution de 0,3g de phénolphtaléine dans 10ml d'éthanol comme suite :

PM = 318

$$\begin{array}{l}
 318\text{g} \longrightarrow 1\text{mol} \longrightarrow 1000\text{ml} \\
 X \longrightarrow 0,1\text{mol} \longrightarrow 10\text{ml}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 318\text{g} \\ X \end{array}} \right\} X = 31,8$$

$$\begin{array}{l}
 31,8\text{g} \longrightarrow 1000\text{ml} \\
 X \longrightarrow 10\text{ml}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} 31,8\text{g} \\ X \end{array}} \right\} X = 0,3\text{ g}$$

- **Préparation des réactifs pour l'aspartame :**

La solution de ninhydrine : dissoudre 1,0 g de ninhydrine dans 50 ml d'éthanol à 95% et 10 ml d'acide acétique glacial.

La solution tampon phosphate d'acétonitrile : préparer 10 volumes d'acétonitrile plus 90 volumes de 6,8 g / L de solutions de phosphate de potassium dihydrogéné préalablement ajusté à pH 3,7 avec de l'acide phosphorique.

Annexe III

Liste des appareils	Liste des réactifs et produits chimiques
<ul style="list-style-type: none"> - Unité de chromatographie (HPLC) avec tous ses accessoires de marque SHIMADZU(LC20) - Agitateur magnétique type STUART - Balance de précision de type KERN - Bain ultrasons de marque Advantage-LAB - Purificateur d'eau de marque Human power 	<ul style="list-style-type: none"> - L'eau ultra pure H₂O - L'acétonitrile grade HPLC CH₃CN - Phosphate de potassium KH₂PO₄ - Acide phosphorique H₃PO₄ - Edulcorant : Aspartame C₁₄H₁₈N₂O₅

- **Préparation de la phase mobile (les solvants) :**

La phase mobile utilisée est un tampon de mélange de deux solvants : (KH₂PO₄ et acétonitrile).

Les deux solvants utilisés sont :

- ✓ L'acétonitrile (CH₃CN) : vendu préparé pour la HPLC
- ✓ KH₂PO₄ : il est préparé au laboratoire comme suit :

- Peser 2.72g de KH₂PO₄ en poudre
- Diluer cette quantité pesée de KH₂PO₄ dans un l d'eau pure, pour avoir une concentration de 20mmol/l
- Faire l'ajustement de pH de cette solution obtenue avec de KOH ou HCL jusqu'à pH = 5 ± 1 à fin d'obtenir une phase mobile plus stable pour ne pas réagir avec la phase stationnaire de la colonne ;
- Introduction des tubes très fins reliés au HPLC dans les flacons contenant chacun l'un des solvants.

Annexe IV



Universel test paper



Jus d'orange «Tazej »



Nectar de Grenade « Candia »



Jus « Ramy light »



« Coca-cola » sans sucre

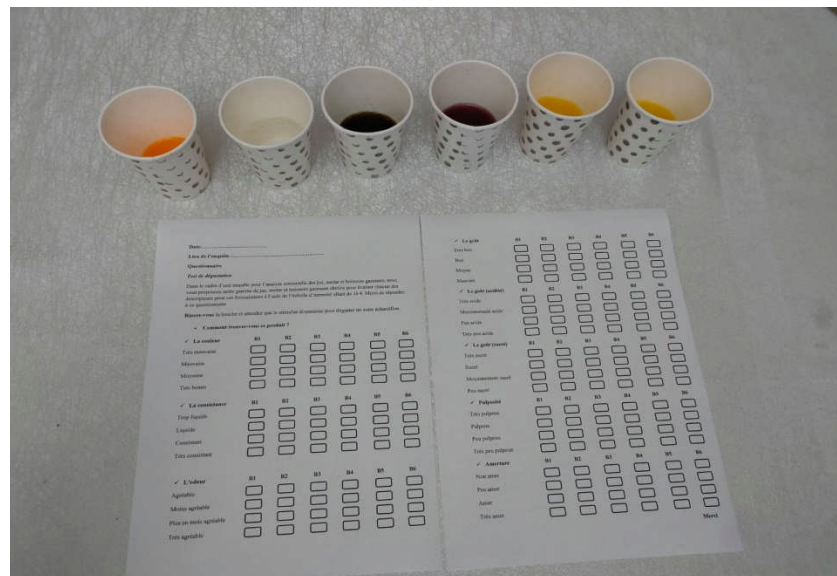


Boisson gazeuse « Sprite »



Boisson gazeuse « Fanta »

Annexe V



Séance de dégustation

✓ Le goût	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Très bon	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Bon	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Moyen	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Mauvais	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
✓ Le goût (acidité)	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Très acide	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Moyennement acide	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Peu acide	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Très peu acide	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
✓ Le goût (sucré)	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Très sucré	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Sucré	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Moyennement sucré	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Peu sucré	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
✓ Pulposité	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Très pulpeux	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Pulpeux	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Peu pulpeux	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Très peu pulpeux	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
✓ Amertume	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Non amer	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Peu amer	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Amer	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Très amer	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Merci

Résumé

Les additifs alimentaires sont de plus en plus utilisés dans l'industrie agro-alimentaire, parmi ces additifs, les conservateurs et les édulcorants alimentaires prédominent sur le plan de leurs utilisations, ils sont destinés à inhiber les altérations microbiologiques et organoleptiques des produits alimentaires et de leurs apporter une saveur sucrée à faible valeur énergétique pour les rendre plus appréciés par les consommateurs afin d'augmenter leurs commercialisations.

Les produits alimentaires qui sont composés des conservateurs et des édulcorants mis en circulation sur le marché, sont soumis à des exigences générales de sécurité telles leurs doses journalières admissibles (DJA) ainsi que leur identification par des codes établis selon les systèmes en union européenne (E) ou par le système international de numérotation (SIN). Parmi les conservateurs alimentaires on distingue l'acide benzoïque et ses sels, l'acide sorbique et ses sels et l'acide citrique ; ainsi que les édulcorants y compris l'aspartame et l'acésulfame K, ces additifs alimentaires peuvent engendrer des effets douteux sur la santé et différentes manifestations toxicologiques (allergie, intolérance ou pathologies...), mais non interdits ce qui est source d'une grande controverse autour des additifs.

Ces composés sont généralement considérés sûrs et sans effets néfastes lorsqu'ils sont ajoutés dans les aliments à des concentrations inférieures à leurs limites maximales d'utilisation.

Dans notre étude, nous avons procédé à une analyse sensorielle sur des boissons, jus et nectar commercialisés, l'évaluation sensorielle est basée sur les différents critères organoleptiques et les préférences des consommateurs.

Les mots clés : additifs alimentaires, conservateur, édulcorant, analyse sensorielle, toxicité, DJA, organoleptique.

Abstract

Food additives are used more and more in the food industry, among these additives, food preservatives and sweeteners predominate in terms of their uses, they are intended to inhibit microbiological and organoleptic alterations in food products and bring them a sweet flavor with low energy value to make them more appreciated by consumers in order to increase their marketing.

Food products which are made up of preservatives and sweeteners put into circulation on the market are subject to general safety requirements such as their acceptable daily intake (ADI) as well as their identification by codes established according to European Union systems (E) or by an international numbering system (INS). Among the food preservatives are benzoic acid and its salts, sorbic acid and its salts and citric acid; as well as sweeteners including aspartame and acesulfame K, these food additives can cause doubtful effects on health and various toxicological manifestations (allergy, intolerance or pathologies ...), but not prohibited which is a source of great controversy around additives.

These compounds are generally considered safe and without adverse effects when added to foods at levels below the maximum use limits.

In our study, we performed a sensory analysis on marketed drinks, juices and nectar, the sensory evaluation is based on various organoleptic criteria and consumer preferences.

The key words: food additives, preservative, sweetener, sensory analysis, toxicity, ADI, organoleptic.