



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي برج بوعريريج

Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

كلية علوم الطبيعة والحياة وعلوم الارض والكون

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers

قسم العلوم البيولوجية

Département des Sciences Biologiques

Mémoire

En vue de l'obtention du Diplôme de Master

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie.

Filière : Sciences Biologiques.

Spécialité : Analyse et contrôle de qualité des denrées alimentaires.

Thème

**Traitement et valorisation des déchets d'origine animale
« extraction de la gélatine à partir de l'os bovin ».**

Présenté par :

- BEN BOUGUERRA Nawel.
- HEDHOUD Nawal.
- SAHNOUN Hiba.

Jury de soutenance:

Président: M^r BOUBALLOUTA T. M.C.A (Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi. BBA).

Encadrant: P^r BEN OUADAH A. (Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi. BBA).

Co-Encadrant: P^r BENTABET A. (Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi. BBA).

Examineur 1 : Mme MOUHAMMEDI S. M.A.A (Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi. BBA).

Année universitaire : 2016/2017

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu de nous avoir donné la force et le courage nécessaire pour réaliser ce travail. Nous tenons à remercier : P. BEN OUADAH Ali et P. BENTABET Abd El Wahab qui ont accepté de nous encadrer, et les orientations qui nous ont permis d'enrichir et d'achever notre travail.

Nous remercions également tous nos enseignants de département de Biologie et les ingénieurs de laboratoires : MEKHOUKH N, Nekhili A, REBAI K, Djenoui S.

Un vif remerciement aux travailleurs de la bibliothèque de biologie qui nous ont aidés de chercher les informations de notre recherche

Nous remercions nos proches parents et amis pour leur patience, conseil et encouragement.

Enfin, nous remercions tous les gens qui nous ont aidés de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.

.....A vous tous, merci.



Dédicace

A mes parents : mon père et ma mère.

*A mon père auquel je dis ce travail était fait
pour toi : Rachid.*

*A ma mère qui m'a tellement supportée et qui
m'a toujours souhaitée le bien : Iarem.*

A mon mari : Badis et sa famille

A mes frères: Ammar, Hakim.

*A mes sœurs: Houria, Hakima, Ibtissem,
Hanane, Aicha.*

A mes gendres: Samir, Lkhéir, fateh.

*A mes beaux oiseaux : Tessnim, Oumaima,
NourElhoda, Alaa Errahmen, Maria,
Mohamed, Abedlhay, Nour Elyakin .*

A toute ma famille.

A tous mes amies.

je dédie ce travail

Nawal



Dédicace

*A mes parents : mon père et ma mère .
A mon père auquel je dis ce travail était
fait pour toi : Mebarek,
A ma mère qui m'a tellement supportée
et qui m'a toujours souhaitée le bien :
Houria.*

*A mes frères: Rachid, Youcef,
Karim, Nabil et ses enfants.
A mes sœurs: Nassima, Souad et ses
enfants
A toute ma famille.
A tous mes amies.
je dédie ce travail*

Nawel



Dédicace

A mes parents : mon père et ma mère.

*A mon père auquel je dis ce travail était fait
pour toi : Abd el waheb.*

*A ma mère qui m'a tellement supportée et qui
m'a toujours souhaitée le bien : Fadhila.*

A mes frères: Bilal, Achraf, Hichem.

*A mes sœurs: Faiza, Imen, Chayma, Ahlem,
Nabila, Dina, Rahima, Khawla.*

*A mes beaux oiseaux: Salsabil, Kenza, Doaa
A toute ma famille.*

A tous mes amies.

je dédie ce travail

Hiba

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Inroduction**Erreur ! Signet non défini.**

Chapitre I

L'os et la production de la gélatine

| | |
|---|----|
| I.1. Les déchets d'origine animale | 3 |
| I.1.1. Les sous-produits animaux | 3 |
| I.1.2. Traitement et valorisation des déchets | 3 |
| I.2. Les os..... | 5 |
| I.2.1. Composition chimique de l'os | 5 |
| I.3. Le collagène..... | 7 |
| I.4. Gélatine..... | 8 |
| I.4.1. Structure et Composition | 8 |
| I.4.2. Propriétés technologiques et caractéristiques de la gélatine | 10 |
| I.4.3. La fabrication de gélatine..... | 11 |
| I.4.4. Utilisations de la gélatine..... | 15 |
| I.4.5. Analyses sur la gélatine | 18 |

Chapitre II

Matériel et méthodes

| | |
|--|----|
| II.1. Prélèvement des échantillons de la gélatine pour l'analyse | 21 |
| II.2. L'extraction de la gélatine..... | 21 |
| II.2.1. Echantillon étudié | 21 |
| II.2.2. Appareillages | 21 |
| II.2.3. Réactifs | 21 |
| II.2.4. Protocole de travail..... | 22 |
| II.3. Les analyses physico-chimiques | 24 |
| II.3.1. Détermination de la teneur en azote totale : Protéine..... | 24 |
| II.3.2. Détermination de la teneur en eau : Humidité..... | 28 |
| II.3.3. Détermination du pouvoir de gélification..... | 29 |

| | |
|--|----|
| II.4. Les analyses microbiologiques | 29 |
| II.4.1. La recherche de la flore aérobie totale..... | 29 |

Chapitre III

Résultats et discussion

| | |
|---|----|
| III.1. Résultats | 33 |
| III.1.1. L'extraction de la gélatine..... | 33 |
| III.1.2. Les analyses physico-chimiques | 33 |
| III.1.3. Les analyses microbiologiques..... | 33 |
| III.2. Discussion | 34 |
| III.2.1. L'extraction de la gélatine..... | 34 |
| III.2.2. Les analyses physico-chimiques..... | 35 |
| III.2.3. Les analyses microbiologiques..... | 38 |
| Conclusion | |
| Références bibliographiques | |
| Annexe..... | |
| Résumé | |

Liste des abréviations

ADEME : Agence de l'énergie et de la maîtrise de l'environnement.

DS : Déchets solides.

DSM : Déchets spéciaux des ménages.

FTAM : Flore total aérobie mésophile.

Hab : Habitat.

Kg: Kilogramme.

PCA: Plate count agar.

RSD : Règlement relatif aux statistiques sur les déchets.

T : Tonnes.

UE : Union européen.

UFC : Unité formant colonie.

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 01 : Comparaison des politiques nationales de traitement des déchets..... | 4 |
| Tableau 02 : Comparaison des compositions types en acides aminés des gélatines de type A, de type B et du collagène; exprimées en résidus pour 1000 résidus d'acides aminés..... | 9 |
| Tableau 03 : Exemples de Blooms par application..... | 19 |
| Tableau 04 : Rendement de l'extraction de la gélatine..... | 33 |
| Tableau 05 : Résultats de la détermination des Paramètres physico-chimique..... | 33 |
| Tableau 06 : Résultats des analyses microbiologiques..... | 33 |
| Tableau 07 : Résultats de dénombrement de la flore aérobie totale mésophile..... | 38 |
| Tableau 08 : Résultats de dénombrement de la flore aérobie totale | 39 |
| Tableau 09 : Résultats de la recherche des spores des bactéries anaérobies sulfito-réducteurs..... | 40 |
| Tableau 10 : Résultats de la recherche des spores anaérobies sulfito-réducteurs..... | 40 |

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 01 : Arrangement des atomes dans la structure cristalline hexagonale de l'hydroxyapatite | 6 |
| Figure 02 : Orientation des fibres de collagène | 7 |
| Figure 03 : Triple Hélice du collagène : assemblage des trois chaînes α | 8 |
| Figure 04 : Produits de la dépolymérisation du collagène | 10 |
| Figure 05 : Schéma général de fabrication de la gélatine | 12 |
| Figure 06 : Nouilles de gélatine | 15 |
| Figure 07 : Les comprimés enrobés de gélatine..... | 16 |
| Figure 08 : Des bonbons gélifiés | 17 |
| Figure 09 : Des films photographiques ultrasensibles..... | 17 |
| Figure 10 : Les étapes de la déminéralisation des os et préparation de l'ossein..... | 22 |
| Figure 11 : Traitement alcalin..... | 23 |
| Figure 12 : Etapes de Cuisson..... | 23 |

| | |
|---|----|
| Figure 13 : Filtration..... | 24 |
| Figure 14 : Séchage de la gélatine extraite..... | 24 |
| Figure 15 : La minéralisation sous la hotte..... | 26 |
| Figure 16 : Distillation de l'ammoniac dans le distillateur..... | 27 |
| Figure 17 : Dosage de l'ammoniac..... | 27 |
| Figure 18 : La gélatine synthétisée à partir de l'os..... | 34 |
| Figure 19: La teneur en protéines des échantillons de la gélatine extraite et commercialisée...35 | |
| Figure 20 : Les résultats de détermination de l'humidité des échantillons de la gélatine extraite et commercialisée..... | 36 |
| Figure 21 : La détermination du pouvoir de gélification pour la gélatine extraite..... | 37 |
| Figure 22 : La détermination de la pouvoir de gélification pour la gélatine commercialisée.... | 37 |

Introduction

La transformation d'un animal vivant en carcasse destinée à la consommation humaine génère à la fois des produits nobles essentiellement composés de tissus musculaires (viande) et des coproduits divers (abats, os, déchets organiques, etc.). Ces coproduits s'avèrent relativement riches en protéines (la gélatine), il semble donc intéressant d'adopter une stratégie de récupération de ces protéines et de les utiliser notamment comme ingrédients dans des produits alimentaires (**Andrieux, 2003**).

Aujourd'hui, grâce au développement de la science et de la technologie, la diversification des produits alimentaires est disponible sur le marché. En conséquence, les produits alimentaires peuvent utiliser des composants non halal pour réduire le coût de production. Sur le marché, la gélatine porcine est moins chère que la gélatine bovine ou autre gélatine produit à partir de sources halal (**Widyaninggar et al., 2012**).

Donc, avec une production annuelle de 2528 millions de tonnes en 2008 dans l'UE seulement, la gélatine est devenue un produit de consommation usuelle que l'on retrouve pratiquement dans tous les domaines de la vie moderne. L'intérêt pour cette macromolécule a été croissant, tant les avantages sont importants dans la consommation courante : pas de toxicité, quantité abondante de matières premières disponibles, choix de différentes qualités pour chaque application, compatibilité avec d'autres constituants dans de nombreuses formulations, etc. Ses propriétés fonctionnelles uniques font de la gélatine un des ingrédients importants de l'industrie alimentaire, photographique, cosmétique et pharmaceutique (**Schrieber et Gareis, 2007**). Ses propriétés technologiques et biopharmaceutiques uniques, font d'elle un excipient extrêmement important et polyvalent pour des applications pharmaceutiques, notamment dans la fabrication des gélules destinées à contenir et libérer des médicaments après ingestion par le patient.

Notre travail est basé sur la valorisation des déchets par le traitement de l'os bovin afin d'extraire de la gélatine et la réalisation de différents tests affirmatifs et confirmatifs de la qualité du produit obtenu en comparaison avec celle de la gélatine commercialisée qui ne connaissant pas l'origine de la matière première utilisée durant leur fabrication.

Ce document est composé de trois chapitres :

- Le premier chapitre présente les co-produits d'origine animale et explique les différentes étapes d'extraction de la gélatine allant de l'os jusqu'au produit fini et les différents analyses effectués.

- Le deuxième chapitre illustre le matériel et méthodes utilisées pour assurer le succès de ce travail, indique le déroulement de l'expérience, les techniques et les protocoles suivis.
- Le dernier chapitre est consacré aux résultats et discussion obtenus lors de ce travail et enfin on termine avec une conclusion générale.

Chapitre I

L'os et la production de la gélatine

*« Ce qu'il y a de plus important à étudier dans la société ce sont les
tas d'ordures »*

Marcel MAUSS in SOUSTELLE Jacques – Les 4 soleils – PLON 1967.

I.1. Les déchets d'origine animale

I.1.1. Les co-produits animaux

Le terme « coproduit » désigne tout résidu d'un procédé de production ou de transformation qui peut être valorisé ou que l'on souhaite valoriser. Ce terme a été choisi pour remplacer celui de « déchet » qui a une connotation négative. On rappellera en effet que le mot

« déchet » vient de déchoir, du latin *cadere*, qui signifie « tomber » (Selmane, 2010).

Les co-produits animaux doivent être identifiés et subdivisés en 3 catégories différentes en fonction du risque pour la santé publique et la santé animale. Cette subdivision est inspirée de la législation Européenne.

- **Catégorie 3:** non destiné à la consommation humaine ; ce sont des déchets de préférence conservés dans un local séparé et, s'ils ne sont pas collectés à la fin de la journée de travail, les matériaux de catégorie 3 périssables sont toujours conservés à une température de maximum 7°C (Anonyme, 2003).

- **Catégorie 2:** non destiné à la consommation animale ; ce sont les sous-produits animaux présentant un risque moins important pour la santé publique. Ces produits sont éliminés par incinération ou enfouissement après transformation et marquage ou peuvent être valorisés en vue de certaines utilisations autres que l'alimentation des animaux (engrais organiques, conversion en biogaz, compostage...) (Anonyme, 2003).

- **Catégorie 1:** exclusivement pour élimination ; ce sont les matières qui présentent un risque important pour la santé publique. Ces matières doivent être collectées, transportées et identifiées sans retard et sont pour l'essentiel détruites par incinération ou par mise en décharge après transformation et marquage (Anonyme, 2003).

I.1.2. Traitement et valorisation des déchets

Environ 530 t/an de chrome rejeté dans les déchets industriels. Pour le cuivre, ce sont 44 t/an qui partent en déchets, tout comme 108 t/an d'hydrocarbures. Ces chiffres montrent à quel point l'élimination des déchets sans valorisation peuvent se traduire par une perte conséquente de matière première (Anred, 1988). Le but de la valorisation au niveau de l'entreprise utilisatrice de la matière est :

- De réduire les achats de matières premières neuves.
- De réaliser des économies d'énergies par la mise en œuvre de matière première secondaire.

➤ D'éviter un traitement d'élimination coûteux pour le déchet. Dans les trois cas considérés, des économies financières peuvent être obtenues. Elles ne sont cependant pas certaines et de nombreux exemples montrent même qu'il est souvent plus coûteux de récupérer une matière première à partir d'un déchet que d'utiliser une matière première neuve (Navarro *et al.*, 1994).

A. Définition du traitement des déchets

Le processus de traitement des déchets s'entend par des opérations unitaires ou successives de broyage, compactage, digestion anaérobie, extraction de l'eau, compostage, incinération, etc., permettant la réduction, la transformation, la réutilisation, la mise en décharge, le stockage et l'élimination de déchets solides, liquides et gazeux (Bliefert et Perraud, 2008). Traiter un déchet c'est lui permettre soit d'être valorisé : cas de tous les tris, récupération, transformations qui permettront de lui trouver une utilisation, soit d'être rejeté dans le milieu extérieur dans des conditions acceptables (Leroy, 1997).

B. Définition de la valorisation des déchets

La valorisation des déchets est toutes les opérations de réutilisation, de recyclage ou de compostage des déchets (Miquel, 1998).

Tableau 01: Comparaison des politiques nationales de traitement des déchets (Miquel, 1998).

| Etats | recyclage | Incinération | Décharge stockage |
|------------------------------|------------------------|--------------|-------------------|
| France | 12% (dont 6% compost) | 40% | 48% |
| Allemagne | 18% (dont 2% compost) | 34% | 48% |
| Suède | 23% (dont 5% compost) | 40% | 37% |
| Norvège | 13% (dont 1% compost) | 18% | 69% |
| Danemark | 20% | 60% | 20% |
| Pays-Bas | 43% (dont 20% compost) | 26% | 31% |
| Canada | 30% | 4% | 66% |
| Belgique (Flandre, Wallonie) | 35% | 29%-31% | 36%-58% |
| Royaume-Uni | 25% | 5% | 70% |

| | | | |
|-------------------|-----------------------|-----|-----|
| Etats-Unis | 24% | 15% | 61% |
| Japon | 11% (dont 6% compost) | 74% | 15% |
| Italie | 9% (dont 6% compost) | 6% | 85% |
| Suisse | 39% | 47% | 14% |

I.2. Les os

Les os constituent une structure rigide qui sert de support d'ancrage à tous les organes mous de notre corps. Ils jouent un rôle basique de soutien et de protection (**Landais, 1997**).

Actuellement, les os sont essentiellement destinés à la fabrication de gélatine et de farine destinée à la supplémentation en minéraux pour l'alimentation animale. L'os frais comporte en moyenne 49% d'eau, 16% de lipides (en particulier des phospholipides qui jouent un rôle dans la minéralisation et le métabolisme des os), 12% de protéines et 23% de sels minéraux (**Linder, 1996**).

I.2.1. Composition chimique de l'os

La matrice extracellulaire de l'os comporte une partie minérale et une partie organique.

a. La matrice minérale : La partie minérale du tissu osseux est principalement constituée de cristaux d'hydroxyapatite phosphocalcique (figure 02). Une formule chimique de cette phase a été proposée à partir d'analyses structurales et chimiques de la partie minérale de l'os périostique animal (comparable à l'os cortical). Ces cristaux se présentent sous forme de petites aiguilles de 20 à 40 nm de longueur qui confèrent à l'os sa solidité. Les ions Ca^{2+} et PO_4^{3-} situés en surface de ces cristaux participent à des échanges rapides avec le liquide interstitiel et donc avec le sang. L'os contenant 98% du calcium de l'organisme, représente un réservoir de calcium et joue un rôle primordial dans le métabolisme phosphocalcique (**Palard, 2007**).

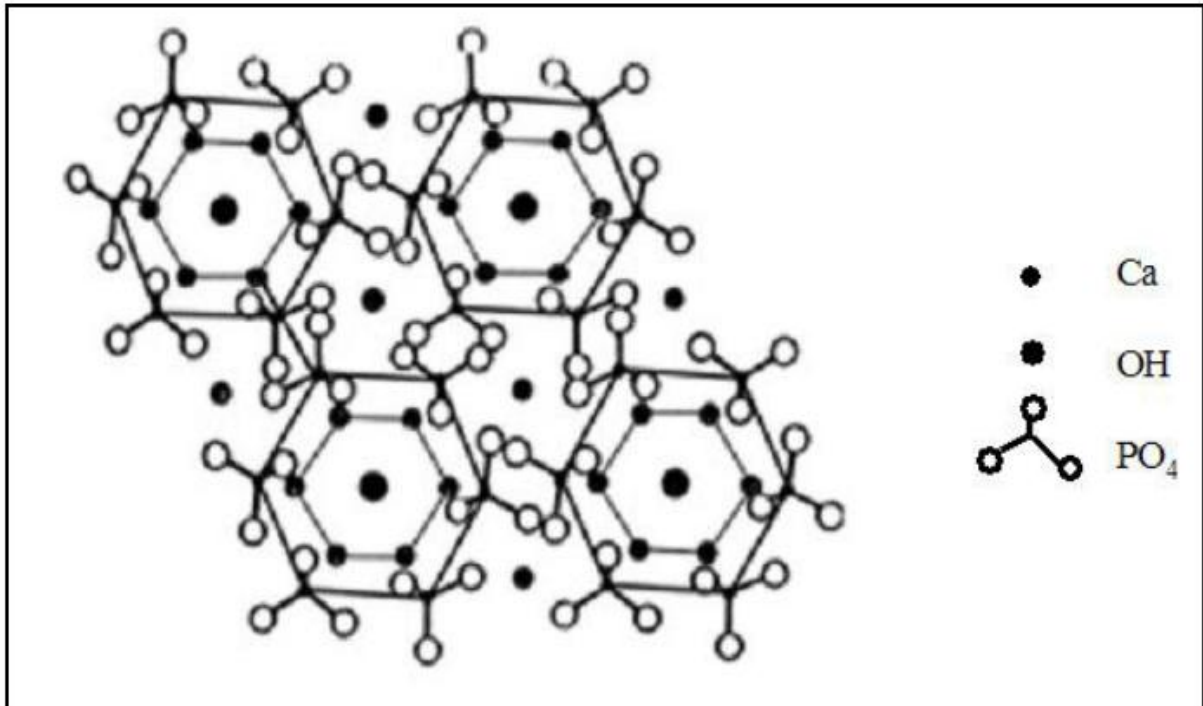


Figure 01: Arrangement des atomes dans la structure cristalline hexagonale de l'hydroxyapatite (Bahlali, 2014).

b. La matrice organique : le constituant principal de cette partie est le collagène de type I (90% de la matrice organique) qui est une glycoprotéine fibreuse rigide en forme de tresse à trois brins d'une longueur de 300 nm et d'un diamètre de 5 nm. Il est organisé en fibres parallèles au sein de couches superposées. L'alternance de l'orientation des fibres de collagène confère au tissu osseux son aspect lamellaire (Figure 03) (Palard, 2007).

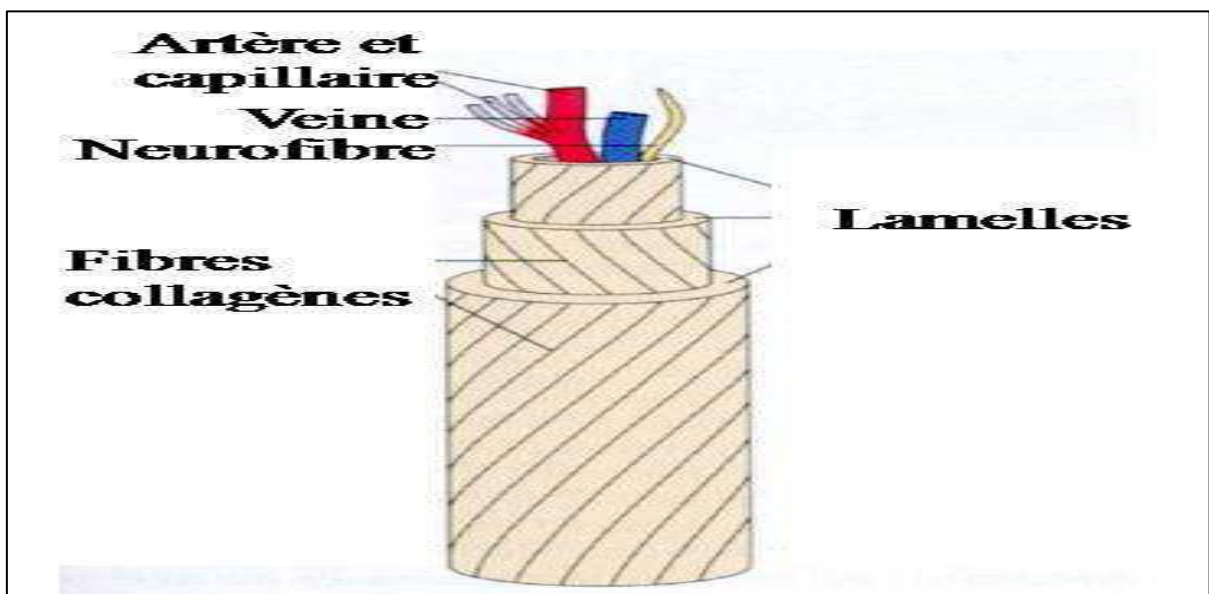


Figure 02 : Orientation des fibres de collagène (Palard, 2007).

Les autres protéines formant la matrice organique sont des protéines non collagéniques telles que l'ostéopontine (qui relie la matrice minérale aux cellules osseuses), l'ostéonectine (à l'origine de la liaison matrice minérale – collagène) et l'ostéocalcine (marqueur des ostéoblastes, intervenant dans la minéralisation). Ces protéines apparaissent comme des inhibiteurs de minéralisation (**Palard, 2007**).

I.3. Le collagène

Le collagène est la substance protéique la plus abondante chez les vertébrés (soit 30 à 35 % en masse des protéines de l'organisme chez les mammifères). Le terme collagène est utilisé comme terme générique pour les protéines formant une triple hélice composée de trois chaînes associées de polypeptides (**Ricard-Blum et al., 2005**). La super famille des collagènes présente une remarquable diversité tant au niveau de l'organisation moléculaire que supramoléculaire. Plus d'une vingtaine de types de collagène est dénombrée à ce jour, qui sont classés en plusieurs sous familles déterminées en fonction de leur homologie de séquence, de leur similitude au niveau de l'architecture de chaîne et de leur assemblage supramoléculaire.

Dans la grande famille des collagènes, on distingue les collagènes fibrillaires, les collagènes associés aux fibrilles, les collagènes non fibrillaires et les collagènes transmembranaires. De par sa capacité à former des fibres, le collagène est une protéine résistant aux forces mécaniques ; il apporte la solidité aux tissus.

1/ Structure primaire : les trois chaînes qui constituent les collagènes possèdent 1050 à 1060 acides aminés, avec environ un tiers de résidus glycine et un quart de résidus proline et d'hydroxy-proline (**Bateman et al., 1996**).

2/ Structure secondaire : chaque chaîne polypeptidique de la molécule de collagène forme une hélice de type polyproline II gauche étirée, stabilisée par une teneur en amino-acide élevée. La présence de glycine tous les trois résidus permet à la chaîne dans sa région centrale de se replier de façon hélicoïdale (**Ottani et al., 2002**).

3/ Structure tertiaire : la structure tertiaire (molécule de tropocollagène) est formée par l'enroulement de trois chaînes a en une superhélice droite avec un pas de 8,6 nm (**Nimni et al., 1988**).

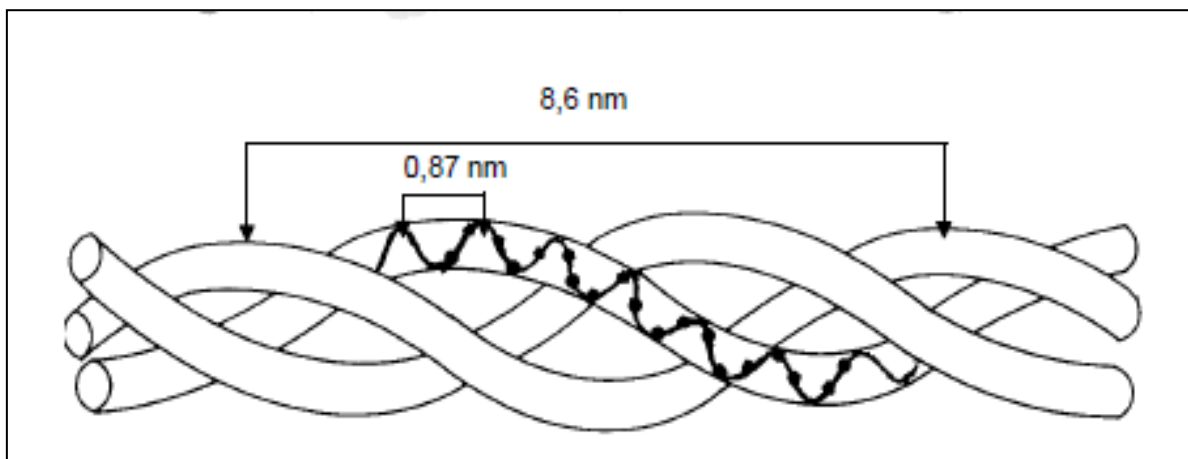


Figure 03: Triple Hélice du collagène : assemblage des trois chaînes α (Nimni et al., 1988).

4/ Structure quaternaire: le tropocollagène est une molécule hautement réactive qui subit facilement une fibrillogénèse spontanée conduite par un processus entropique pour créer des structures supramoléculaires. Il faut noter que ces structures sont stabilisées initialement par des interactions polaires, hydrophobes et d'autres interactions non-covalentes (Ottani et al., 2002).

I.4. Gélatine

I.4.1. Structure et Composition

a. La structure primaire : est semblable à celle du collagène. L'analyse de la variation de la composition en acides aminés des gélatines en fonction du prétraitement (Tableau 03), montre d'une manière générale, que le prétraitement acide modifie peu la composition en acides aminés de la gélatine par rapport au collagène dont elle dérive et que le prétraitement alcalin transforme les résidus asparagine et glutamine en acides aspartique et glutamique (Rbii, 2010).

Tableau 02 : Comparaison des compositions types en acides aminés des gélatines de type A, de type B et du collagène ; exprimées en résidus pour 1000 résidus d'acides aminés (Rbii, 2010).

| Classe d'acides aminés | Acides aminés | Gélatine type A | Gélatine type B | Collagène (type I) |
|------------------------|----------------|-----------------|-----------------|--------------------|
| | Alanine | 112 | 117 | 114 |
| | Hydroxyproline | 91 | 93 | 104 |
| | | 10 | 11 | |

| | | | | |
|---------------------------------|---------------------|-----|------|-----|
| R Hydrophobe | Isoleucine | 24 | 24,3 | 11 |
| | Leucine | 3,6 | 3,9 | 24 |
| | Méthionine | 14 | 14 | 5,7 |
| | Phénylalanine | 132 | 124 | 13 |
| | Proline | - | - | 115 |
| | Tryptophane | 26 | 22 | - |
| | Valine | | | 22 |
| R polaire non chargé | Glycine | 330 | 335 | 332 |
| | Asparagine | 16 | 0 | 16 |
| | Glutamine | 25 | 0 | 25 |
| | Sérine | 35 | 33 | 35 |
| | Thréonine | 18 | 18 | 17 |
| | Cystéine | - | - | - |
| | Tyrosine | 2,6 | 1,2 | 4,4 |
| R chargé > 0 | Arginine | 49 | 48 | 51 |
| | Histidine | 4 | 4,2 | 4,4 |
| | Hydroxylysine | 6,4 | 4,3 | 5,4 |
| | Lysine | 27 | 28 | 28 |
| R chargé < 0 | Acide aspartique | 29 | 46 | 29 |
| | | 48 | 72 | 48 |
| | Acide glutamique | | | |

On peut constater que la gélatine est composée d'un certain nombre d'acides aminés hydrophobes (proline, leucine) et hydrophiles (sérine, arginine, etc), qui lui confèrent un caractère amphiphile (Rbii, 2010).

b. La structure secondaire: selon l'origine de la matière première et le type de traitement qui lui est appliqué, la dénaturation du tropocollagène en gélatine peut fournir trois types de molécules. Les chaînes $\alpha 1$ et $\alpha 2$, les chaînes β qui sont issues de l'association entre une chaîne $\alpha 1$ et une chaîne $\alpha 2$ ($\beta 11$; $\beta 12$) ; et des chaînes γ , oligomères de 3 chaînes α ($\gamma 112$). Les chaînes α , β et γ se différencient par leurs masses moléculaires moyennes respectives de 100 000, 200 000 et 300 000 g.mol⁻¹ (Figure 05). Ceci donne lieu à un mélange de fragments de différents poids moléculaires (Rbii, 2010).

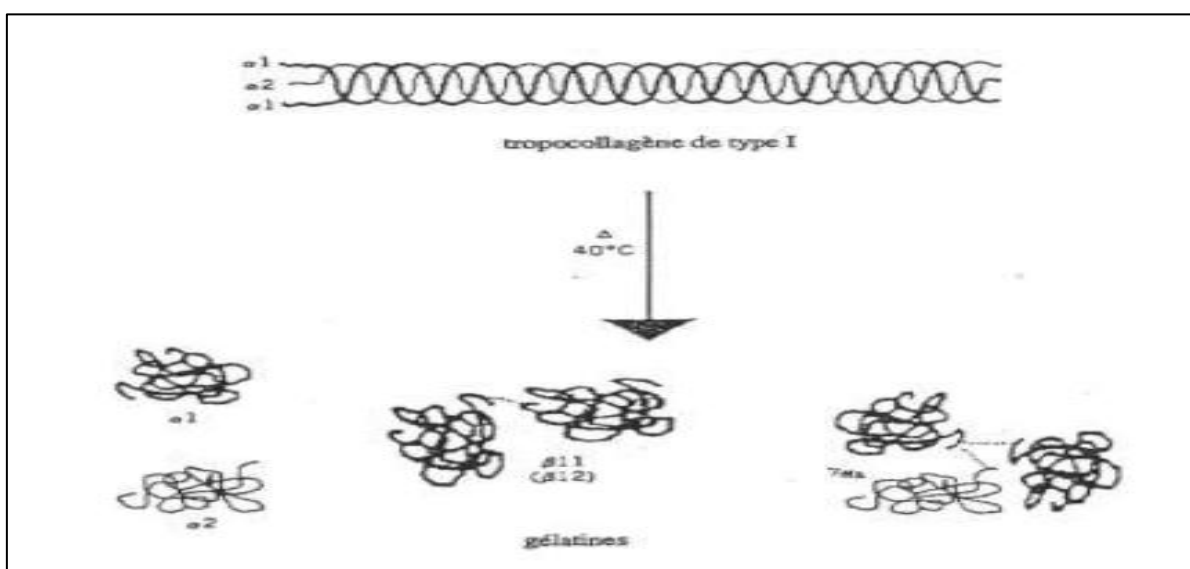


Figure 04: Produits de la dépolymérisation du collagène (Rbii, 2010).

I.4.2. Propriétés technologiques et caractéristiques de la gélatine

Le comportement physico-chimique de la gélatine est principalement déterminé par la séquence en acides aminés de la molécule, par sa structure spatiale, sa distribution en masses moléculaires, ainsi que par les conditions du milieu (pH, force ionique et la réaction avec d'autres composés). Les propriétés de la gélatine peuvent être divisées en deux groupes. Le premier associé aux propriétés gélifiantes de la gélatine (force en gel, viscosité, etc.) et le second plutôt lié aux propriétés de surface de la gélatine.

➤ Les propriétés associées à la gélification sont principalement la formation du gel, la texturation, et l'effet épaississant. Ces propriétés sont reliées principalement à la viscosité, à la structure, à la masse moléculaire et à la température du système. Le refroidissement d'une solution de gélatine conduit à la formation d'un gel réversible. Cette réversibilité

théoriquement illimitée du processus de gélification est de loin la plus importante propriété technologique de la gélatine.

➤ Les propriétés de surface sont basées sur le fait que les chaînes latérales de la gélatine, comme celles de toutes les protéines, ont des groupements chargés et que certaines parties des séquences aminés de la molécule, contiennent des acides aminés hydrophiles ou hydrophobes. Les deux parties hydrophile et hydrophobe ont tendance à migrer vers la surface, ce qui réduit la tension superficielle de la solution aqueuse.

Dans le même temps, la gélatine a plusieurs propriétés qui protègent et stabilisent la surface formée. Cette propriété multifonctionnelle de la gélatine est utilisée dans la production et la stabilisation des mousses et émulsions (Rbii, 2010).

I.4.3. La fabrication de la gélatine

La conversion du collagène en gélatine a été longuement étudiée, elle se réalise en deux étapes: la solubilisation du collagène soit en milieu acide, soit en milieu basique et sa conversion en gélatine. Cette dernière est le résultat de la dénaturation de la structure tertiaire de la triple hélice de tropocollagène. Les chaînes se dissocient et adoptent alors une configuration pelote statistique (Jones, 1987). La fabrication industrielle de la gélatine consiste principalement à contrôler l'hydrolyse du collagène et à convertir le produit en un matériel soluble avec des propriétés physico-chimiques souhaitées, telles que la force en gel, la viscosité, le point isoélectrique, etc.

Il existe essentiellement trois procédés pour la fabrication de la gélatine :

- **Le procédé enzymatique** : est relativement nouveau et présente des avantages par rapport au traitement alcalin : le processus est rapide, le rendement est pratiquement de 100 %, la gélatine est plus pure et les propriétés physiques de la gélatine obtenue sont meilleures (Foret, 2003).
- **Le procédé acide** : s'applique surtout sur des matériaux peu réticulés comme le collagène de la peau de porc. C'est un procédé peu coûteux et rapide (2 jours), utilisé principalement pour l'industrie alimentaire (Foret, 2003).
- **Le procédé alcalin** : méthode longue (45 à 90 jours) et plus coûteuse, principalement utilisé pour des collagènes plus complexes comme ceux provenant des os et peaux de bovins. Son objectif est de détruire les liaisons chimiques encore présentes dans le collagène. Ce procédé permet de fabriquer de la gélatine principalement utilisées dans l'industrie pharmaceutique (capsules), photographique (films) et alimentaire (Foret, 2003).

Le processus de fabrication de la gélatine peut être schématisé de la façon suivante

(Figure 06) :

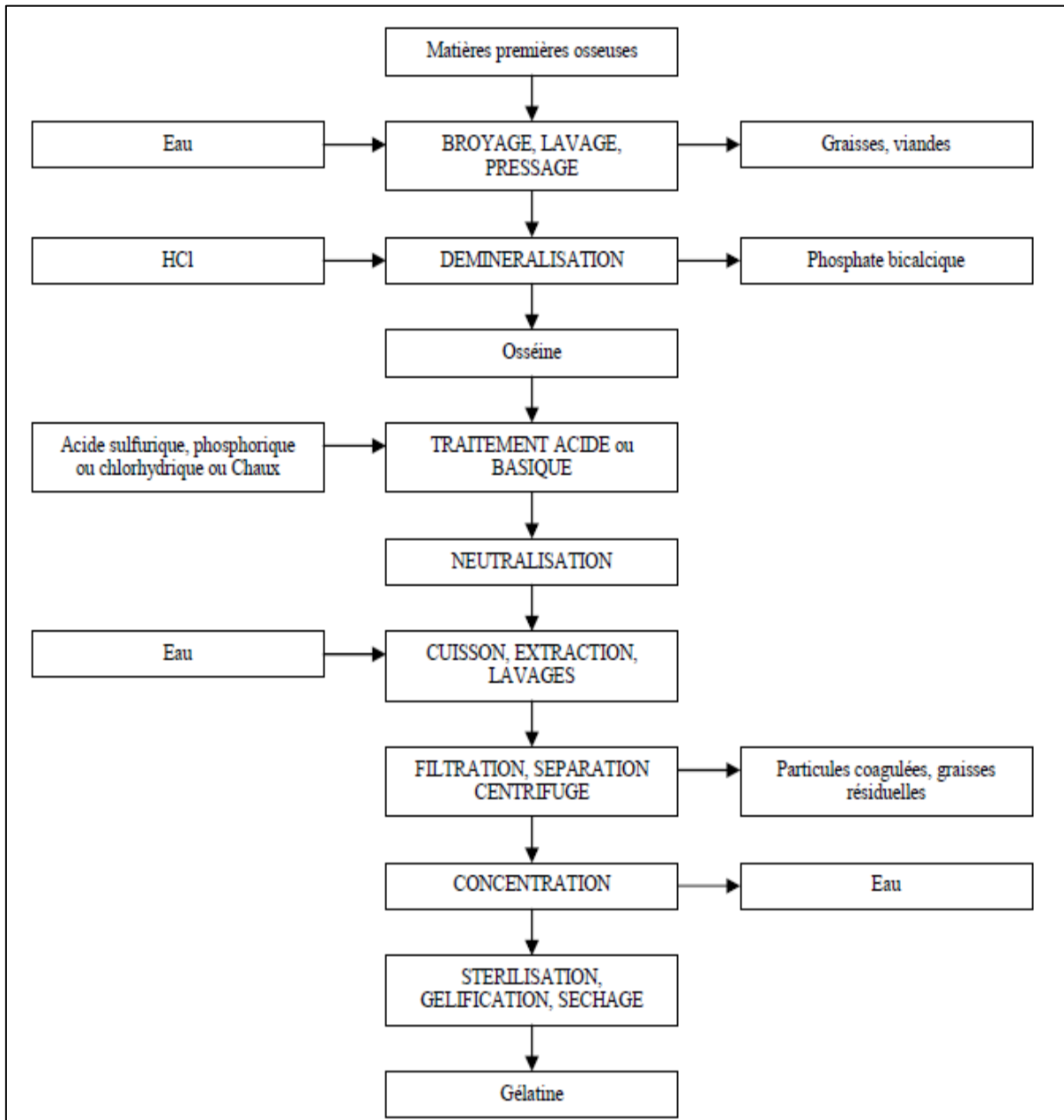


Figure 05: Schéma général de fabrication de gélatine (Foret, 2011).

1. Déminéralisation des os et préparation de l'osséine : l'étape de déminéralisation intervient dans le cas d'utilisation d'os comme matière première. Les os dégraissés doivent être débarrassé de leur support minéral (hydroxyapatite). Cette opération est réalisée par un trempage de quelques semaines en milieu acide (HCl 5%). La déminéralisation ne modifie pas la composition en acides aminés mais certaines liaisons peptidiques ou intermoléculaires peuvent être hydrolysées. Les phosphates sont séparés du surnageant sous la forme de phosphate bicalcique, par précipitation à l'aide d'un lait de chaux (sous-produit de l'industrie

de la gélatine). Toutefois, la matière organique a conservé sa forme mais est devenue élastique : c'est l'osséine (**Rbii, 2010**).

2. Prétraitement : le procédé de prétraitement a pour objectifs le gonflement et le ramollissement des peaux et de l'osséine, en préparation à la dénaturation et à l'extraction de la gélatine. Durant cette étape, des peptides et des liaisons intermoléculaires sont rompus, la température de fusion du gel diminue par interaction avec le solvant, certaines impuretés sont éliminées. Cependant, un gonflement trop intense peut conduire à une dégradation excessive de la matière première (**Rbii, 2010**).

Il existe deux variantes majeures du prétraitement : le procédé alcalin (chaulage) et le procédé acide. Le prétraitement chaulé se distingue du prétraitement acide, notamment en ce qui concerne les modifications apportées à la matière première. Ainsi, le prétraitement acide conduit à une réorganisation physique de la structure du collagène alors que le prétraitement chaulé engendre des modifications chimiques importantes, notamment l'augmentation du nombre de carboxyles libres par transformation des résidus asparagine et glutamine en acides aspartique et glutamique (**Veis, 1964**).

➤ **Traitement alcalin :** la peau et l'os sont traités par du lait de chaux (pH 12) pendant 6 à 12 semaines, afin d'épurer le collagène et de casser les liaisons covalentes pour le rendre soluble à 60°C. Cette étape est contrôlée en température entre 18-20°C. Le procédé de chaulage se développe dans une cuve avec un système d'agitation à air comprimé et la température est contrôlée grâce à la température d'entrée du lait chaux. Le lavage, consiste ensuite à éliminer le lait de chaux. Pour ce faire, l'osséine passe sur un tapis vibrant où elle est rincée à l'eau. Puis, 12 h avant la cuisson, un bain d'acide phosphorique permet de ramener le pH à 7 (**Rbii, 2010**).

➤ **Traitement acide :** le traitement acide du collagène est particulièrement approprié aux matériaux moins réticulés, tels que la peau de porc et les os de jeunes bovins. Ce traitement permet une réduction des coûts, en raison des temps courts de préparation de la matière première. La matière première est lavée et trempée dans les solutions acides minérales diluées, dont la concentration ne doit pas excéder 5% et dont le pH doit se situer autour de 3,5 et 4,5. Les acides minéraux utilisés peuvent être l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique. Ce traitement à l'acide continue jusqu'à ce que la matière première soit entièrement acidifiée et atteigne un maximum du gonflement. La température du traitement est habituellement la température ambiante de l'usine, environ 15 à 20°C. La durée du traitement dépend de la nature de la matière première, de la température et de la concentration de l'acide, varie entre 10 et 48 h (**Rbii, 2010**).

Les gélatines issues d'un traitement alcalin sont couramment désignées sous l'appellation « gélatine type B » tandis que les gélatines issues d'un traitement acide sont appelées « gélatine type A » (**Rbii, 2010**).

3. Extraction de la gélatine : c'est l'étape du procédé appelée « cuisson ». On y parle de bouillon, de durée de cuisson, de température, d'égouttage, etc.

Pour obtenir de la gélatine, on solubilise, ce qui reste de l'os ou de la peau, après l'avoir déminéralisé par acidification et épuré par chaulage et lavage, ou ce qui reste de la peau. Ce « jus » de gélatine va être successivement filtré, déminéralisé, concentré, refiltré, puis le pH sera ajusté à la demande du client (**Rbii, 2010**).

➤ **Cuisson :** elle consiste à faire passer la gélatine en solution dans de l'eau chaude acidulée, de température croissante d'une extraction à l'autre. La matière subit ainsi une suite de 5 à 6 extractions, chaque étapes durant plusieurs heures, la température variant de 55°C à 95°C voir 100°C pour la dernière. On obtient alors ce qu'on appelle un « Bouillon » ou extraits avec des propriétés différentes afin d'obtenir un « bouillon de gélatine ». Les solutions obtenues ou bouillons de gélatine ont une concentration approximative de 5% pour la première extraction, à la plus basse température (55°C) (**Rbii, 2010**).

➤ **Pasteurisation et filtration :** la pasteurisation a pour but de détruire un maximum de germes sur un échangeur à plaques, chauffé à la vapeur à 125°C et refroidi ensuite à l'eau à 60°C. La filtration permet ensuite de clarifier les « jus » de gélatine (**Rbii, 2010**).

➤ **Déminéralisation de la gélatine :** ceci a pour but d'éliminer dans un bouillon de gélatine les cations et anions. Le bouillon de gélatine passe à travers deux colonnes cationique et anionique (**Rbii, 2010**).

➤ **Concentration :** le but est d'augmenter la teneur en gélatine, en évaporant l'eau, et ainsi obtenir un bouillon qui gélifie à 30°C. Le bouillon arrive à l'étape de concentration à 7% de gélatine et ressort avec une concentration en gélatine de l'ordre de 45% (**Rbii, 2010**).

➤ **Séchage :** le but étant d'abaisser le pourcentage d'humidité de la gélatine, le gel est extrudé sous forme de filaments ou de « nouilles » pour augmenter sa surface d'échange et favoriser ainsi son séchage en continu, sous courant d'air filtré (Figure 07). Les « nouilles » séchées (10-15% d'humidité) sont ensuite broyées avant de subir des contrôles au laboratoire (**Rbii, 2010**).



Figure 06: Nouilles de gélatine (Rbii, 2010).

I.4.4. Utilisations de la gélatine

La gélatine est un aliment naturel qui joue un rôle très important dans l'industrie alimentaire moderne. Elle est également utilisée dans d'autres secteurs tels que l'industrie pharmaceutique et photographique. Le papier utilisé pour les imprimantes à jet d'encre doit sa haute qualité à la gélatine et aux propriétés qu'elle confère à sa surface. La gélatine sert également à filtrer les petites particules pour clarifier certaines boissons comme le vin, le cidre et de nombreuses variétés de bière. En somme, la gélatine est présente dans tout produit nécessitant l'emploi de gélifiant, de stabilisateur, d'émulsifiant, d'agent moussant ou d'épaississant (Anonyme, 2001).

a. Dans l'industrie pharmaceutique

Dans l'industrie pharmaceutique, la gélatine est utilisée pour la fabrication des gélules et des capsules. Elle protège les médicaments des effets néfastes de la lumière et de l'oxygène. Les gélules sont essentiellement employées pour les médicaments liquides, alors que les capsules sont utilisées pour les poudres. La gélatine permet de lier les principes actifs du médicament et de prolonger leur durée de conservation. Grâce à une sélection et un dosage rigoureux, la gélatine peut même influencer sur la vitesse de libération des principes actifs, soit en l'accéléralant, soit en la ralentissant (effet retard). Les comprimés enrobés de gélatine représentent un nouveau progrès technologique, l'enrobage de gélatine facilitant l'ingestion du comprimé par les patients (Anonyme, 2001).

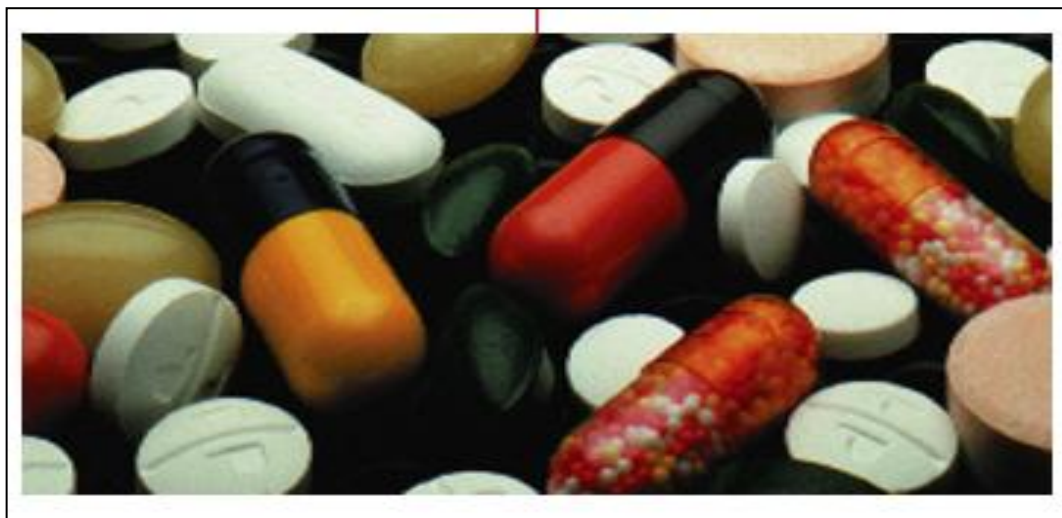


Figure 07 : Les comprimés enrobés de gélatine (Anonyme, 2001).

b. Dans l'industrie alimentaire

Dans la production alimentaire moderne, la gélatine est utilisée de la manière la plus diverse. La raison principale est sa capacité unique à réagir à la chaleur: la gélatine fond à 37° C, la température du corps, puis redevient ferme en refroidissant. Sa texture agréable et son fondant en bouche en font un ingrédient irremplaçable dans l'industrie alimentaire. De nombreux produits allégés, réduits ou pauvres en matières grasses n'existeraient pas sans la gélatine. Elle est ainsi présente par exemple dans la margarine ou le beurre allégé, les pâtes à tartiner ou les fromages à taux réduits en matières grasses. La gélatine est sans goût, lie de grandes quantités d'eau, forme des gels et procure une formidable sensation en bouche. La gélatine alimentaire est indispensable dans de nombreuses confiseries, telles que les bonbons gélifiés (ours, gomme), les caramels mous, les guimauves et les marshmallows, les meringues, les réglisses, les têtes de nègre, etc. Elle leur confère une grande élasticité, une consistance optimale pour la mastication et améliore leur durée de conservation. C'est la gélatine qui donne aux terrines et aux aspics leur apparence si appétissante. De nombreuses variétés ou de saucissons au poivre sont protégées contre le dessèchement par un film de gélatine. En poissonnerie, la gélatine est surtout employée pour la fabrication de produits en gelée. Outre ses fonctions esthétiques, la gélatine protège de la lumière et de l'oxygène. Sa capacité à fondre à la température du corps en fait un substitut indispensable aux matières grasses dans les aliments allégés (Anonyme, 2001).



Figure 8: Des bonbons gélifiés (Anonyme, 2001).

c. Dans l'industrie photographique moderne

Les produits photographiques à base de sel d'argent sont constitués de plusieurs couches de gélatine (jusqu'à 15) qui sont coulées sur film ou sur papier. La gélatine est utilisée comme liant pour les sels d'argent hautement photosensibles. Son pouvoir gonflant permet aux produits de développement de pénétrer dans les couches sensibles et d'en être éliminés par lavage. La gélatine constitue un élément important dans le procédé complexe de la technique des couches. Elle présente la particularité de pouvoir entrer en solution au réchauffement et de former un gel en refroidissant, gel que l'élimination de l'eau permet de rendre permanent. Les propriétés de la gélatine sont à la base de la production de films photographiques ultrasensibles, en particulier pour atteindre sur les films couleur et radiographiques le haut degré de sensibilité requise. La gélatine est également indispensable pour la photographie numérique. Les papiers pour imprimantes jet d'encre enduits de gélatine assurent la brillance des couleurs et la netteté des contours, permettant des impressions d'excellente qualité (Anonyme, 2001).



Figure 9: Des films photographiques ultrasensibles (**Anonyme, 2001**).

d. Divers autres utilisation de la gélatine

➤ Utilisés comme agents actifs dans les lessives et les nettoyeurs, les hydrolysats et les tensioactifs de collagène à base de gélatine présentent une bonne compatibilité dermatologique et sont entièrement biodégradables. Ajoutés aux produits de vaisselle, ils garantissent une bonne tolérance cutanée et protègent la peau de l'effet agressif des tensioactifs. Utilisés comme protéines pour la protection des fibres, ils ont un effet appréciable dans les lessives spéciales pour la laine, la soie et les autres textiles délicats.

➤ Les propriétés moussantes et liantes de la gélatine la rendent indispensable pour la fixation des têtes d'allumettes.

➤ On utilise également la gélatine dans la papeterie. Elle améliore la résistance à l'humidité et accroît la solidité du papier (pour les billets de banque, par exemple).

➤ Ajoutée aux bains électrolytiques, la gélatine permet le nettoyage du zinc et du cadmium. Elle est utilisée dans la séparation des impuretés, ce qui permet de produire des métaux très purs. (**Anonyme, 2001**).

I.4.5. Analyses sur la gélatine

Outre les analyses de qualités prescrites par les autorités, les fabricants de gélatine effectuent de nombreux tests supplémentaires sur le produit final. Ces tests servent à vérifier les paramètres technologiques du produit. Plusieurs de ces méthodes d'analyse sont décrites ci-dessous :

➤ **La force en gel (Bloom)** : la première propriété de la gélatine utilisée par l'industrie est son effet gélifiant. Traditionnellement, ce paramètre détermine principalement le prix d'un type particulier de gélatine. La force en gel est donc, une des caractéristiques les plus importantes. La force en gel, ou Bloom, exprimée en gramme, est liée à l'élasticité mécanique du gel de gélatine. Elle permet la classification des gélatines. La mesure standardisée, faite grâce à un gélo-mètre, consiste à déterminer la force nécessaire pour enfoncer un piston (12.7 mm de diamètre) dans un gel de gélatine (de concentration 6.67% P/V) d'une profondeur de 4 mm. Le gel est gardé préalablement pendant 18 h à 10°C. Les gélatines commerciales ont un Bloom situé entre 50 et 300g. Quelques exemples d'applications industrielles, selon les blooms, sont donnés dans le tableau (**Rbii, 2010**).

Tableau 03: Exemples de Blooms par application (Rbii, 2010).

| Applications | Bloom (g) |
|-----------------|-----------|
| Guimauves | 75-125 |
| Nougats | 100-125 |
| Desserts | 150-250 |
| Capsules molles | 120-200 |
| Capsules dures | 150-280 |
| Photographie | 200-300 |

➤ **Dosage de l'azote totale :** le dosage de l'azote total est effectué à l'aide de la méthode de kjeldahl, selon le codex œnologique international, l'azote total doit être supérieur à 14% du poids de gélatine sèche (Rbii, 2010).

➤ **Les critères bactériologiques :** la gélatine doit correspondre à des critères très précis. En effet elle ne doit pas contenir des germes pathogènes ou toxigènes (Rbii, 2010).

La gélatine est un excellent milieu de croissance pour les bactéries. Par conséquent, des pratiques sanitaires strictes doit être suivie pendant la fabrication afin d'assurer un produit propre et sain. Les gélatines de qualité alimentaire contiennent généralement moins de 3000 bactéries par gramme, mais les gélatines pharmaceutiques sont limitées à des comptages de plaques aérobies de 1000 par gramme. Le formulaire national et la monographie du Codex sur les produits gélatine requièrent tous deux que les espèces Salmonella et Escherichia coli soient absentes (Street et al, 2012). La molécule de gélatine est non seulement thermiquement labile, mais peut également être dégradée plutôt rapidement par certaines bactéries, en diminuant à la fois la résistance du gel et la viscosité. Par conséquent, il faut prendre soin de contamination pendant l'utilisation. Comme une poudre sèche, la gélatine est très stable, et peut être stocké dans des conteneurs hermétiques pendant des années avec aucune perte de qualité (Street et al., 2012). La gélatine en solution ou le trempage dans l'eau ne doit être laissée dans cet état

que si elle est maintenue très froide ou assez chaude pour détruire ou inhibent la croissance bactérienne (**Street et al., 2012**).

La nature des organismes qui poussent dans des solutions de gélatine et des gels dépend d'un certain nombre de facteurs. Le pH a une influence très importante. Pour des valeurs de pH inférieures à 4, la croissance bactérienne est supprimée, tandis que les levures et les moisissures poussent abondamment. Au-dessus du pH 5, les bactéries protéolytiques peuvent devenir actives (**Street et al., 2012**).

La dégradation des solutions de gélatine et des gels par les bactéries, les levures et les moisissures peut être inhibée par l'utilisation de conservateurs. La sélection du conservateur dépend de la question de savoir si l'application du produit est comestible, topique ou technique. Les gels de gélatine nécessitent généralement une plus grande concentration de conservateur que les solutions de gélatine diluée. L'addition d'autres nutriments à la gélatine peuvent également augmenter la quantité de conservateur requis (**Street et al., 2012**).

Chapitre II

Matériel et méthodes

« Ceux qui ne font rien ne se trompent jamais »

Ce travail est réalisé au niveau de laboratoire d'analyses physicochimiques et le laboratoire d'analyses microbiologiques au sein de la faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre et de l'univers, département de sciences biologiques, université de Bordj Bou Arreridj.

II.1. Prélèvement des échantillons de la gélatine pour l'analyse

Les gélatines utilisées dans ces analyses sont :

- La gélatine commercialisée extrait à partir de l'os bovin, fabriquée en Égypte, la durée de conservation est 24 mois.
- La gélatine extraite dans notre laboratoire d'analyses physicochimiques par des méthodes appropriées.

II.2. L'extraction de la gélatine

L'extraction de la gélatine s'effectue en plusieurs étapes à partir des peaux et des os. Le principe général consiste à transformer le collagène insoluble en gélatine soluble est largement décrit dans la littérature (Veis, 1964; Courts, 1980; Ledward, 1986).

II.2.1. Echantillon étudié

Os : fémur de bovin (6,6 Kg).

II.2.2. Appareillages

- Agitateur magnétique.
- Agitateur va et vient.
- Etuve.
- Broyeur.
- Tamis.
- Récipients.
- Bec bunsen.
- Balance analytique.

II.2.3. Réactifs

- Acide chlorhydrique (HCl 5%).
- Hydroxyde de sodium (NaOH).
- Acide phosphorique concentré.

II.2.4. Protocole de travail

1. Déminéralisation des os et préparation de l'osséine

- Nettoyage et dégraissage d'os bovin avec de l'eau chaude.



- Découpage d'os afin de faciliter le débarrassage de la matière minérale (hydroxyapatite).



- Trempage d'os en milieu acide (Hcl 5%) pendant 45 jours.



Figure 10 : Les étapes de la déminéralisation d'os et préparation de l'osséine (**originale, 2017**).

2. Prétraitement

➤ Traitement alcalin

- Traitement d'os par l'NaOH (pH 12) pendant 6 à 12 semaines à température entre 18-20°C.
- Lavage, consiste ensuite à éliminer l'NaOH. Pour ce faire, l'osséine passe sur un tamis où elle est rincée à l'eau.
- L'ajout de 2 ml d'acide phosphorique concentré 12 h avant la cuisson pour permettre de ramener le pH à 7.



Figure 11 : Traitement alcalin (originale, 2017).

3. Extraction de la gélatine

➤ Cuisson

- Passage de la solution obtenue dans l'eau chaude acidulée en température croissante variant de 55°et 95°C à 100°C, pendant plusieurs heures.
- L'obtention de ce qu'on appelle un « Bouillon » ou extraits avec des propriétés différentes.



Figure 12 : Etapes de Cuisson (originale, 2017).

➤ **Pasteurisation et filtration**

- Chauffage de bouillon à la vapeur.
- Refroidissement à l'eau froide.
- Filtration de bouillon afin de clarifier les « jus » de gélatine.

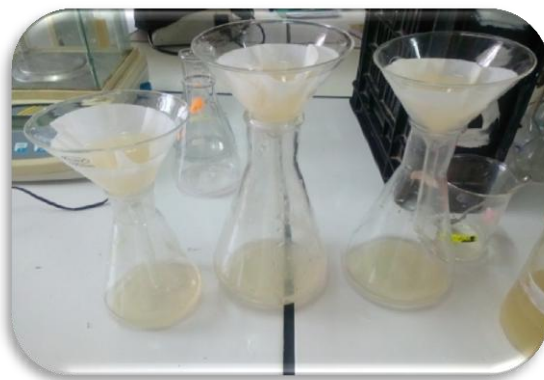


Figure 13 : Filtration (originale, 2017).

➤ **Séchage**

- À l'aide de l'étuve, on fait le séchage du jus obtenu jusqu'à obtention de la gélatine poudre (17g).

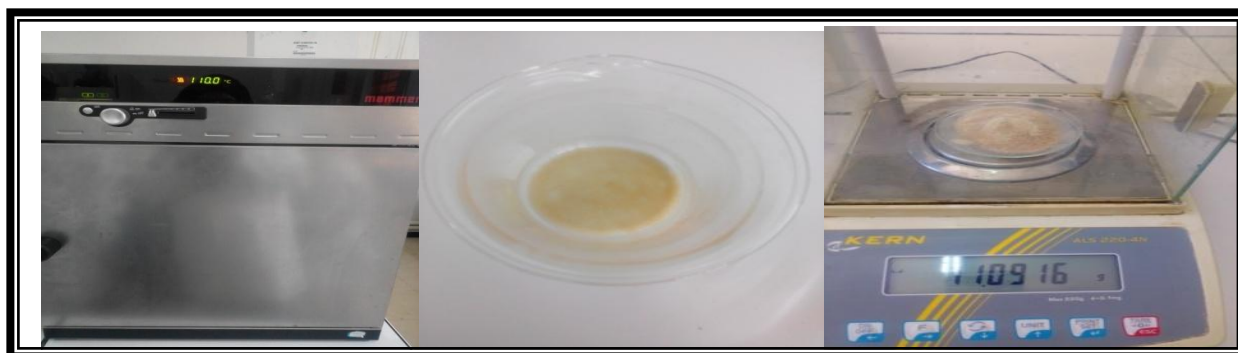


Figure 14: Séchage de la gélatine extraite (originale, 2017).

II.3. Les analyses physico-chimiques

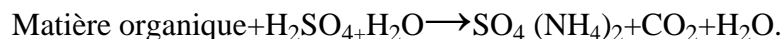
Le contrôle physico-chimique permet d'évaluer la stabilité et la consistance du produit en ce qui concerne ses caractéristiques nutritionnelles et organoleptiques, parmi ces analyses nous citons :

- Détermination de la teneur en azote totale : Protéine.
- Détermination de la teneur en eau: Humidité.
- Détermination du pouvoir de gélification.

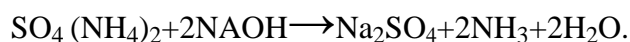
II.3.1. Détermination de la teneur en azote totale : Protéine

La méthode de Kjeldahl est une méthode de référence pour la détermination de la teneur en protéines contenues dans un produit, à partir du dosage de l'azote total (Williams et al., 1998). Selon (Keys, 1939), Les différentes étapes de la méthode de Kjeldahl sont:

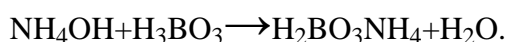
- **1^{ère} étape : minéralisation;** Quand l'azote est sous forme organique, il faut d'abord procéder à la minéralisation pour passer à l'azote minéral (**Nozawa, 2005**).



- **2^{ème} étape : distillation;** La distillation à froide de l'ammonium par l'ajout d'un excès de Soude. Le but est de transformer l'ammonium sous sa forme volatile, l'ammoniac.



- **3^{ème} étape : le titrage;** le titrage colorimétrique direct de l'ammoniac complexé avec de l'acide borique par une solution titrante d'acide sulfurique.



A. Appareillages

- Minéralisateur de Kjeldahl.
- Matras de 300 ml.
- Balance de précision.
- Distillateur.
- Système de titrage.

B. Réactifs

- Acide sulfurique concentré ; $d=1,84$ (H_2SO_4).
- Oxalate de potassium.
- Sulfate de potassium.
- Hydroxyde de potassium.
- Hydroxyde de sodium ; $d=1,33$ (NaOH).
- Acide borique 40% (H_3BO_4).
- Solution alcoolique de rouge de méthyle 0,05%.
- Acide sulfurique (0,1N).

C. Protocole de travail

Etape 1 : Minéralisation de l'échantillon

Dans chaque matras, on introduit :

- 1g de l'échantillon.
- 15 à 20 ml d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4).
- 2g d'oxalate de potassium.
- 10g de sulfate de potassium pour augmenter le point d'ébullition d'acide sulfurique.

- Agiter les matras.
- Placer les matras dans le minéralisateur puis l'allumer.
- Suivre l'expérience jusqu'à l'obtention d'une solution limpide environ 3 heures avec une température de 390°C, attendre 30 minute puis éteindre l'appareil et laisser refroidir pendant 15 minute.

Pendant l'étape de la minéralisation, la molécule organique est détruite par oxydation lors d'une ébullition dans l'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré, en présence de catalyseur ; (l'oxalate de potassium) le carbone s'élimine sous forme de dioxyde de carbone (CO_2), l'hydrogène sous forme d'eau et l'azote reste en solution sous forme d'ion ammonium (NH_4^+). La dégradation de la matière organique azotée se fait à l'aide d'un catalyseur et de l'acide sulfurique à haute température.

Remarque

- La minéralisation est effectuée sous une hotte munie d'un système permettant de capter les vapeurs acides (voir figure 17).
- Le sulfate de potassium est ajouté pour augmenter la température d'ébullition de l'acide sulfurique.
- Le pH acide permet au sel d'ammonium d'apparaître sous sa forme acide de l'ammonium (NH_4^+).

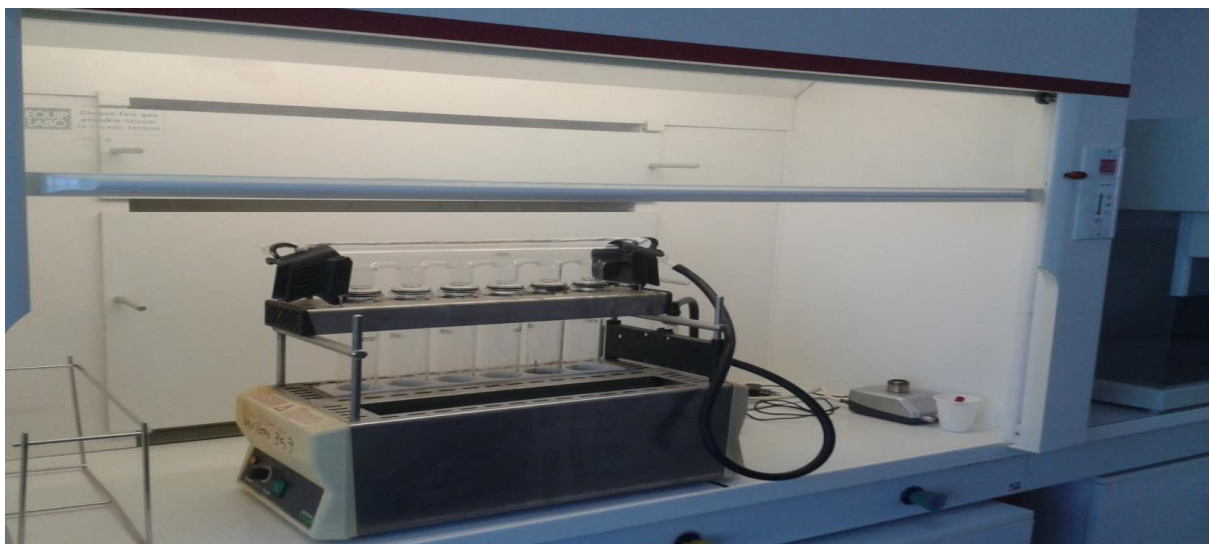


Figure 15: La minéralisation sous la hotte (originale, 2017).

Etape 2 : Distillation de l'ammoniac

Le but de cette étape est de transformer l'ammonium sous sa forme volatile ; ammoniac. La soude est ajoutée en excès afin de changer le pH acide en un pH basique, ce

qui a pour effet d'obtenir de l'ammoniac. L'ammoniac NH_3 est entraîné par la vapeur d'eau pendant la distillation puis piégé dans 15ml d'une solution (1000 ml d'acide borique 4% mélangeait avec 10 ml de rouge de méthyle 0,05%). L'ammoniac réagit avec l'acide borique formé des sels borates d'ammonium (voir figure 18).



Figure 16: Distillation de l'ammoniac dans le distillateur (originale, 2017).

Remarque : L'acide borique est un acide faible qui ne réagit pas avec l'ammoniac, il sert simplement à piéger l'ammoniac.

Etape 3 : Titrage de l'ammonium

On effectue un dosage acido-basique direct, c'est le dosage de l'ammoniac par une solution titrée d'acide sulfurique. L'équivalence est marquée par une coloration rose due au rouge de méthyle (voir figure 19).

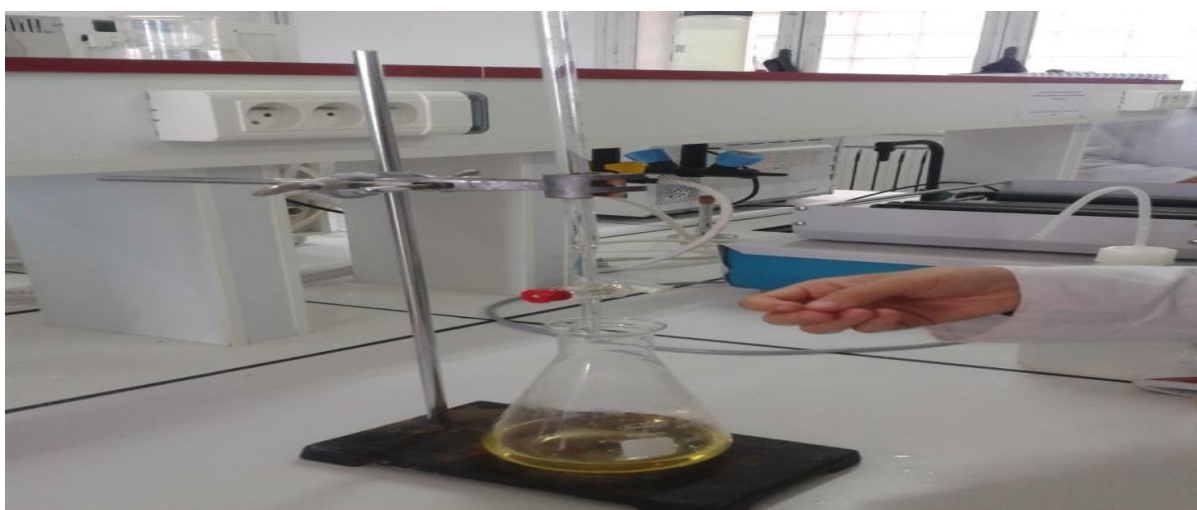


Figure 17: Dosage de l'ammoniac (originale, 2017).

Calcul du % de protéines dans les échantillons

La teneur en azote, exprimée comme suite : $N=1,4 (V- V') \times T/m$

V' : volume d'acide versé pour le blanc.

V : volume d'acide versé pour l'échantillon.

m : prise d'essai de l'échantillon.

N : teneur totale en azote en %.

La teneur en protéines brutes du produit est obtenue en multipliant la valeur obtenue lors de la détermination de la teneur en azote par le facteur conventionnel $K= 6,25$.

$P\%=N \times K$.

II.3.2. Détermination de la teneur en eau : Humidité

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage à 105°C exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue de gélatine jusqu'à élimination complète de l'eau (**ISO N° 934, 1980**).

A. Appareillages

- Balance de précision.
- Etuve.
- Becher.
- Dessiccateur.

B. Mode opératoire

- Peser dans un bécher, préalablement taré, un poids exactement connu de gélatine (10g).
- Porter le bécher à l'étuvé pendant 1 heure.
- Retirer le bécher à l'étuve et le laisser refroidir dans un dessiccateur pendant 10 min.
- Peser.
- Répéter le travail jusqu'à l'obtention de poids constant de l'échantillon.

C. La formule de l'humidité est comme suite :

$$Hi(\%) = 100 \frac{m_{hi} - m_{si}}{m_{hi}}$$

m_{hi} : la masse d'échantillon avant le séchage.

m_{si} : la masse d'échantillon sèche.

Hi : l'humidité de l'échantillon.

II.3.3. Détermination du pouvoir de gélification

La gélatine est relativement insoluble dans l'eau froide. Lorsque ses grains sont ajoutés à l'eau froide (température ambiante), ils absorbent de l'eau jusqu'à 100 fois leur poids initial et se gonflent rapidement, mais elle devient rapidement soluble dans l'eau chaude (Le Hir A., 2001).

1. Appareillages

- Bain marie.
- Réfrigérateur.
- Récipients.
- Balance analytique.
- Agitateur magnétique.

2. Réactifs

- Gélatine.
- Eau froide.

3. Mode opératoire

- Introduire 1g de gélatine dans 7ml d'eau froide.
- Laisser hydrater pendant 12 heures.
- Faire fondre la masse à 55°C.
- Laisser bloquer au froid minimum 1h.
- Introduire la masse de gélatine gonflée dans le liquide chaud de dissolution en agitant.

II.4. Les analyses microbiologiques

L'examen microbiologique est un outil incontournable d'évaluation du niveau de contamination des denrées alimentaires et de la nature de leur microflore. Parmi ces analyses nous citons :

- La recherche de la flore aérobie totale mésophile.
- La recherche des spores anaérobies sulfito-réducteurs.

II.4.1. La recherche de la flore aérobie totale

La flore mésophile aérobie totale est l'ensemble des micro-organismes aptes à se multiplier à l'air aux températures moyennes, plus précisément ceux dont la température optimale de croissance est 37°C. Ils peuvent être des micro-organismes pathogènes ou d'altération (Bougeois et Leveau, 1996).

A. Appareillages

- | | | |
|--------------------|--------------------------|----------------------|
| - Etuve. | - Micropipette. | - Plaque chauffante. |
| - Boîtes de Pétri. | - Bec Bunsen. | - Agitateur. |
| - Pipette Pasteur. | - Compteur des colonies. | - Autoclave. |

B. Réactifs

- Milieu de culture gélose PCA.
- L'eau peptonée.
- L'eau distillée.

C. Protocole de travail

1. Préparation des dilutions

La dilution mère: introduire aseptiquement dans un flacon stérile en verre 1 g de gélatine, ajusté avec l'eau physiologique jusqu'à 10 ml.

Les dilutions décimales : introduire aseptiquement à l'aide d'une pipette stérile 1ml de la dilution mère dans un tube stérile contenant au préalable 9ml du diluant (l'eau physiologique), on obtient donc la dilution 10^{-2} .

A l'aide d'une autre pipette stérile introduire 1 ml de la dilution 10^{-2} obtenue dans un tube stérile contenant au préalable 9 ml du diluant, on obtient la dilution 10^{-3} .

2. Préparation du milieu de culture

- Lors de la reconstitution de milieu, une quantité de 5g de milieu de culture PCA est mélangée au volume d'eau peptonée préalablement préparé par le mélange de 6g de ce dernier avec 400 ml d'eau distillée.

- Homogénéisation puis dissolution totale par chauffage à travers l'agitateur et la plaque chauffante.

- Après refroidissement à 50-60°C, le milieu est distribué dans les tubes à essais en vue d'être stérilisé par autoclavage de 15-20 minutes pendant 120°C.

- Les milieux sont ensuite laissés à refroidir jusqu'à 50°C dans l'autoclave.

- Enfin, il est distribué en boîte de pétri pour la réalisation de l'ensemencement.

Remarque : l'intérêt de l'autoclavage c'est pour tuer les spores (forme de résistance).

Remarque : ne pas sortir les milieux de culture avant car la différence de températures provoquerait une dépression au sein des tubes.

3. La technique d'ensemencement : l'ensemencement par 0,1 ml de chaque dilution (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3}) s'effectue à la surface sur le milieu PCA puis à l'aide d'une pipette Pasteur on fait des stries.

4. L'incubation : les boîtes sont incubées dans l'étuve à 37 °C pendant 72h.

Remarque : deux témoins sont toujours réalisés, l'un pour le milieu PCA, l'autre pour le diluant (l'eau peptonée), l'incubation des boites est réalisée à 37 °C pendant 72h.

II.4.2. La recherche des spores de bactéries anaérobies sulfito-réducteurs

Les spores de bactéries anaérobies sulfito-réducteurs sont des formes de résistance de micro-organismes se développant en anaérobiose à 46°C ± 1 en 24h et ou 48h en gélose viande foie et donnant des colonies typiques réduisant le sulfite de sodium (**Guiraud, 2003**).

A. Appareillages

- Etuve.
- Tubes à culture.
- Micropipette.
- Plaque chauffante.
- Bec Bunsen.
- Agitateur.
- Autoclave.

B. Réactifs

- Milieu de culture viande foie.
- Alun de fer.
- Sulfite de sodium.

C. Protocole de travail

1. Préparation des dilutions

La dilution mère: Introduire aseptiquement dans un flacon stérile en verre 1 g de gélatine, ajuster avec l'eau distillée jusqu'à 10 ml.

Les dilutions décimales : Introduire aseptiquement à l'aide d'une pipette stérile 1ml de la dilution mère dans un tube stérile contenant au préalable 9ml du diluant (l'eau distillé), on obtient donc la dilution 10⁻².

A l'aide d'une autre pipette stérile introduire 1 ml de la dilution 10⁻² obtenue dans un tube stérile contenant au préalable 9 ml du diluant, on obtient la dilution 10⁻³.

2. Préparation de milieu de culture

• Lors de la préparation de milieu, une quantité de 3g de viande foie déshydraté est mélangé à un volume de 60 ml d'eau peptonée et porté lentement le milieu à ébullition sous agitation constante et l'y maintenir durant le temps nécessaire à sa dissolution.

• Réparti la solution en tubes à vis et stérilisé dans l'autoclave à 121°C pendant 15 minutes.

• Après refroidissement dans un bain d'eau à 45°C, ajouté 0,1ml d'alun de fer et 0,5ml de sulfite de sodium, mélangé et maintenu au bain marie ou dans l'étuve à 45°C jusqu'au moment de l'utilisation.

1. La technique d'ensemencement

Les tubes contenant les dilutions sont soumis :

- d'abord à un chauffage à 80°C pendant 8 à 10 minutes.
- Puis, un refroidissement immédiat sous l'eau de robinet.

A partir de ces dilutions, verser aseptiquement 1 ml de chaque dilution dans un tube contenant 10ml de milieu de culture. Laisser solidifier sur pailleasse pendant 30 minutes.

2. Incubation : ces tubes sont incubés à 46°C pendant 24h.

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Résultats

III.1.1. L'extraction de la gélatine

Tableau 04 : Rendement de l'extraction de la gélatine.

| Echantillons | Gélatine extraite | Gélatine commercialisée |
|------------------|---|---|
| Rendement | 6,6Kg de l'os → 0,017Kg de gélatine 1Kg → 2g | 1000kg d'os → 65kg de gélatine 1kg → 65g |

III.1.2. Les analyses physico-chimiques

Tableau 05 : Résultats de la détermination des paramètres physico-chimiques.

| Echantillons | Gélatine extraite | Gélatine commercialisée |
|---------------------------------|--|--|
| Teneur en protéines g/kg | 146,4 ± 9,6 | 665,58 ± 1,01 |
| L'humidité % | 1,4 | 16,5 ± 2,12 |
| Pouvoir de gélification | Gélifiante après ébullition suivi d'un refroidissement | Gélifiante juste après refroidissement |

III.1.3. Les analyses microbiologiques

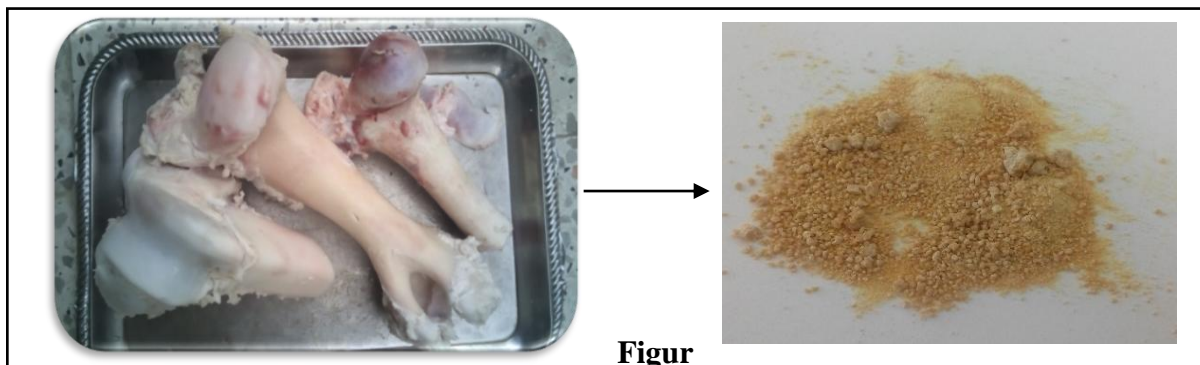
Tableau 06 : Résultats des analyses microbiologiques.

| Echantillons | Gélatine extraite | Gélatine commercialisée |
|---|-------------------|-------------------------|
| La flore aérobie totale mésophile. | 481 UFC. | 196363 UFC. |
| Les bactéries anaérobies sulfito-réducteurs. | Absence. | Absence. |

III.2. Discussion

III.2.1. L'extraction de la gélatine

La voie chimique (Traitement alcalin) est un procédé d'extraction protéique long (6 à 12 semaines). La gélatine extraite d'os bovin est représentée ci-dessous (figure 20).



Figur e 18 : La gélatine extraite à partir de l'os (**originale, 2017**).

Le rendement de gélatine obtenu dans cet expérience est faible (1kg d'os bovine → 2g de gélatine poudre) par rapport aux travaux réalisés par LIEFFROY (1kg d'os bovin → 65g). Cette différence est due à :

- La concentration d'HCL; la faible concentration d'HCL empêche la dissolution complète de la partie minérale (**lieffroy, 2007**), donc une partie important de phosphate de calcium reste fixé avec la partie organique ce qui gêne la dissolution de cette dernière dans l'NaOH.
- La durée de l'étape de prétraitement; selon Rbii les os sont traites par du lait de chaux pendant 6 à 12 semaines. Les travaux réalisées par français Hérisant prend une période de 4 moins pour cela, il a obtenu une grande quantité, mais dans ce travail, cette étape prend 6 semaines seulement donc, on constate que la gélatine reste fixé à l'os.

A la fin de l'expérience, l'os est peu rigide ce qui affirme la présence d'une quantité minérale et par conséquent une partie de collagène reste intacte. La couleur de la gélatine extraite est apparait peu foncé (marron) à la gélatine commercialisée (jaune). Ce dernier due aux procédures de la fabrication ; la gélatine extraite (couleur marron) à subit un traitement alcalin par contre la gélatine commercialisée (couleur jaune) à subit un traitement acide.

III.2.2. Les analyses physico–chimiques

III.2.2.1. La détermination de la teneur en protéines

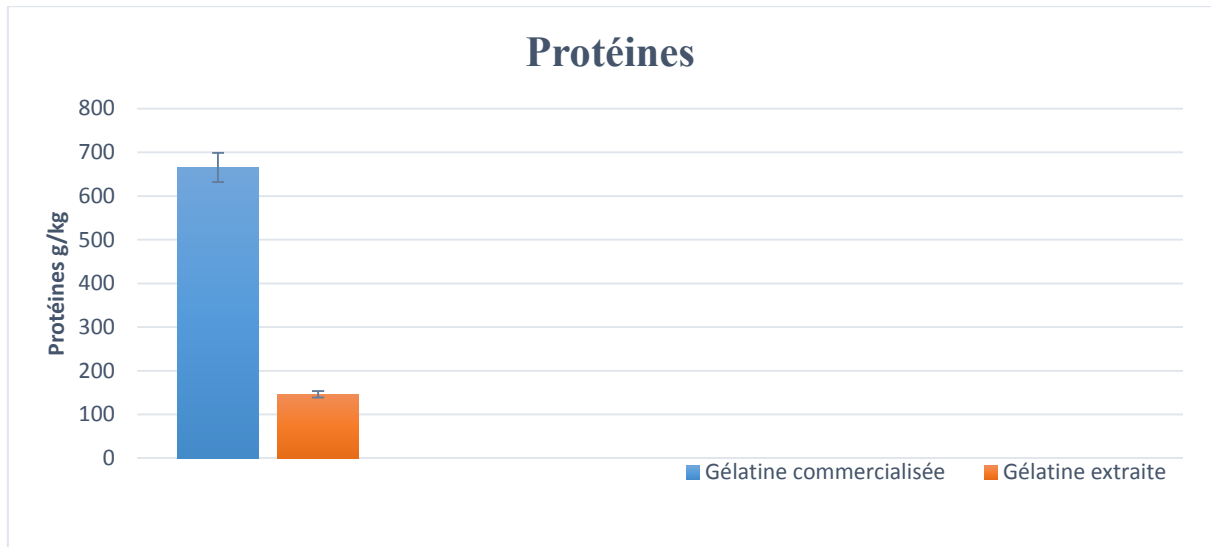


Figure 19: La teneur en protéines des échantillons de la gélatine extraite et commercialisée (originale, 2017).

La gélatine est une protéine hautement purifiée dérivée du collagène, un tissu conjonctif abondant dans les os et les peaux d'animaux (Liu et al., 2015). Elle contient des pourcentages massiques de: 26,4 à 30,5% de glycine ; 14,8 à 18% de proline ; 13,3 à 14,5% d'hydroxyproline ; 11,1 à 11,7% d'acide glutamique ; et 8,6 à 11,3% d'alanine. Les autres acides aminés sont en faibles pourcentages comme la tyrosine avec un pourcentage de 0,2% seulement (Keenan, 1998). La teneur en protéines diffère d'un type de gélatine à un autre selon la durée de traitement de l'os qui permet soit une destruction partielle ou totale de collagène et par conséquent l'augmentation du taux de protéines.

Dans notre travail nous avons trouvé une grande différence entre les 2 échantillons analysés et ça peut référer à l'ajout des autre ingrédients à la gélatine commercialisée car jusqu'à ce temps, la gélatinerie cache plusieurs secrets et la méthodologie de fabrication pose plusieurs questions.

III.2.2.2. Détermination de l'humidité

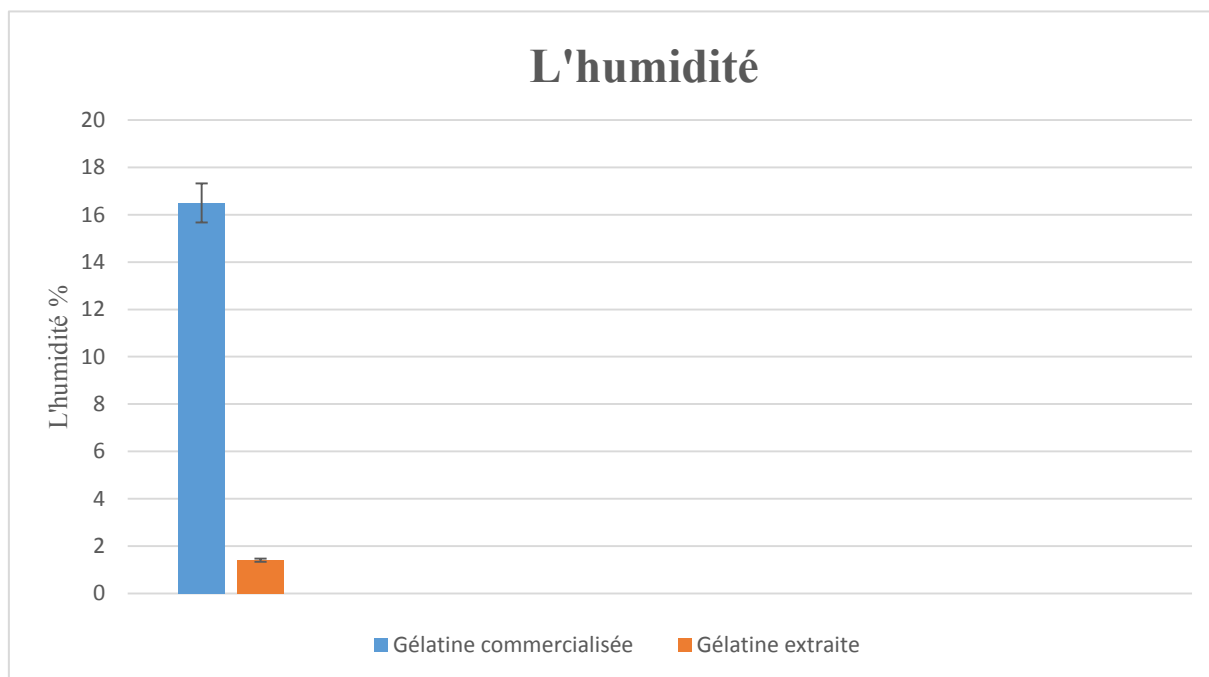


Figure 20 : Les résultats de détermination de l'humidité des échantillons de la gélatine extraite et commercialisée (**originale, 2017**).

La détermination de la teneur en eau est très importante, puis qu'elle conditionne d'une part la précision des divers résultats analytiques rapportés à la matière sèche et d'autre part celle de la mise en œuvre des tests technologiques. Le taux de l'humidité permet de conserver l'échantillon (**Calvel, 1984**). L'humidité des gélatines analysées est de 1,4% pour la gélatine extraite et environ 16,5% pour la gélatine commercialisée. Selon le codex œnologique international le taux d'humidité de la gélatine ne doit pas dépasser 15%. La gélatine extraite est bien séchée dans l'étuve afin de garantir la fiabilité des résultats obtenus par la méthode de Kjeldahl. Par contre, pour des raisons commerciales, la gélatine commercialisée contient un taux élevé d'humidité dans le but d'augmenter le poids et ça agit sur la qualité marchande ce que favorise la croissance des microorganismes.

III.2.2.3. Détermination du pouvoir de gélification

- La gélatine extraite.

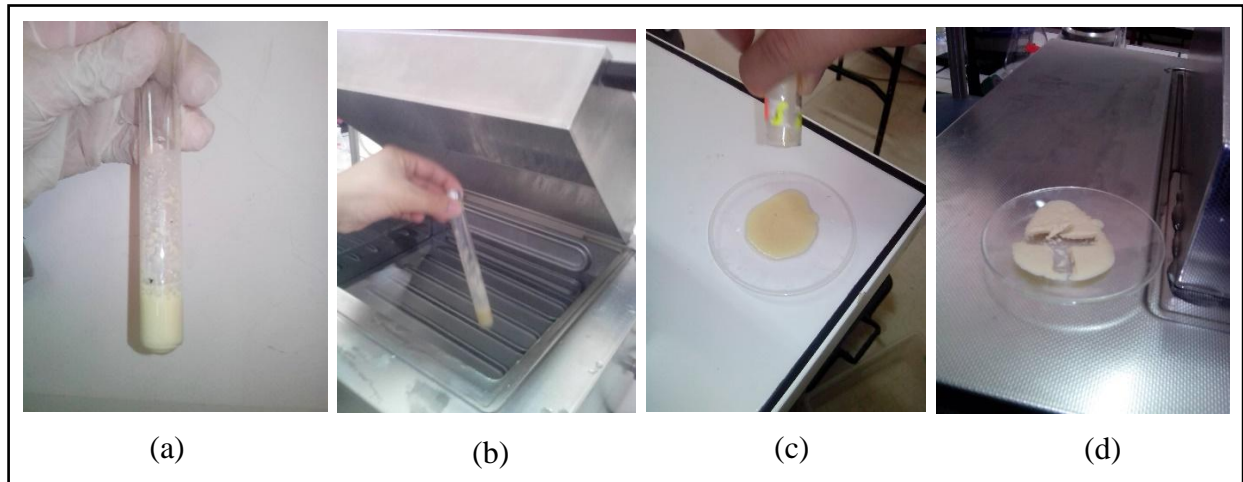


Figure 21 : La détermination du pouvoir de gélification pour la gélatine extraite (**originale, 2017**).

- La gélatine commercialisée.

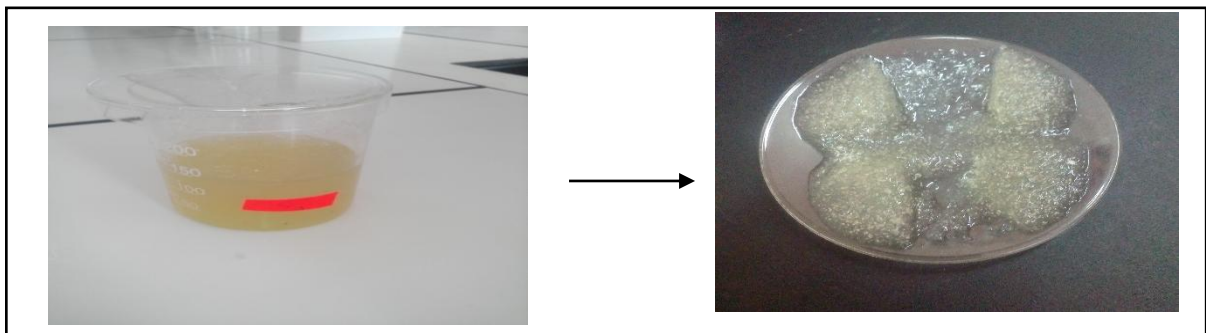


Figure 22 : La détermination de la pouvoir de gélification pour la gélatine commercialisée (**originale, 2017**).

C'est l'une des caractéristiques les plus importantes des gels. Il peut être expliqué par la pénétration graduelle de l'eau dans les particules solides, suivie par la plastification et ensuite le gonflement (**Fushini, 2001**), parce que la gélatine a une grande affinité pour l'eau. Le pouvoir gélifiant rend possible le passage d'un produit d'une structure liquide à une structure « gel ». Le gel obtenu avec la gélatine est thermoréversible. Ceci constitue sans aucun doute la propriété la plus intéressante. Quand on refroidit une solution de gélatine, la viscosité augmente progressivement et l'on passe de la forme « sol » à la forme « gel ». Inversement, si l'on réchauffe ce gel, il se dissout et retourne à l'état de solution.

Remarque 01: La mesure du gonflement devient difficile grâce à l'absence d'appareillages.

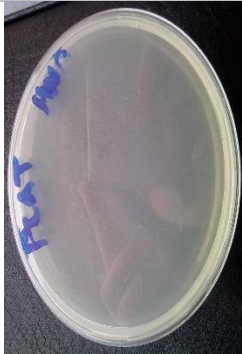

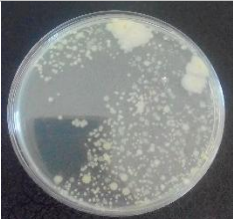

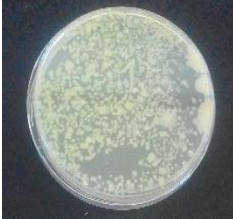


Remarque 02: Selon les procédés de la fabrication, on obtient des gélatines gélifiantes (juste après refroidissement) et des gélatines hydrolysées non gélifiants après refroidissement mais qui se gélifient après ébullition suivi d'un refroidissement.

III.2.3. Les analyses microbiologiques

III.2.3.1. La recherche et le dénombrement de la flore aérobie totale mésophile

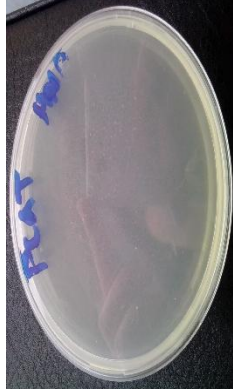
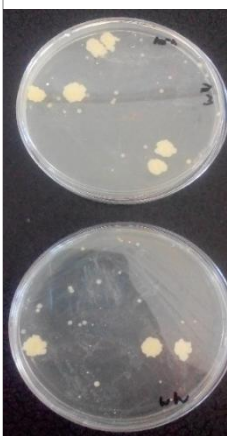
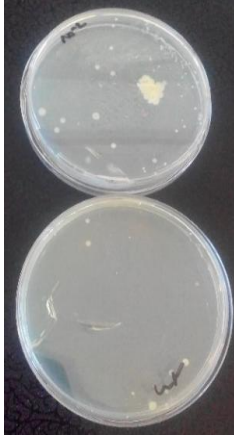
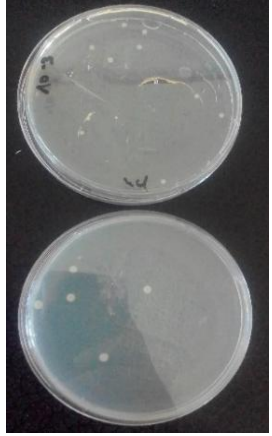
- La gélatine commercialisée

Tableau 07 : Résultats de dénombrement de la flore aérobie totale mésophile.

| Dilutions | Témoin (PCA) | Témoin L'eau peptonée | 10 ⁻¹ | 10 ⁻¹ | 10 ⁻² | 10 ⁻² | 10 ⁻³ | 10 ⁻³ |
|-----------|--|-----------------------|---|------------------|--|------------------|---|------------------|
| Boite | Stérile | Stérile | indénombrable | | indénombrable | | 215 | 217 |
| Photos |  | |  | |  | |  | |
| | | |  | |  | |  | |

➤ La gélatine extraite.

Tableau 08 : Résultats de dénombrement de la flore aérobie totale.

| Dilutions | Témoin (PCA) | Témoin L'eau peptonée | 10 ⁻¹ | 10 ⁻¹ | 10 ⁻² | 10 ⁻² | 10 ⁻³ | 10 ⁻³ |
|---------------|---|-----------------------|---|------------------|--|------------------|---|------------------|
| Boite | Stérile | Stérile | 50 | 56 | <30 | <30 | <30 | <30 |
| Photos |  | |  | |  | |  | |

Le dénombrement de la flore aérobie mésophile sur le milieu gélose montre que N=196363UFC pour la gélatine commercialisée et pour la gélatine extraite N=481UFC.

Selon le codex œnologique international, le nombre de FTAM doit être inférieur à 1000 germes par gramme. Parce que les FTAM sont des indicateurs d'hygiène important, on peut dire que la qualité de la gélatine commercialisée est hors normes tandis que la gélatine synthétisée est de bonne qualité hygiénique.

IV.2.3.2. La recherche des spores des bactéries anaérobies sulfito-réducteurs

➤ La gélatine commercialisée

Tableau 09 : Résultats de la recherche des spores des bactéries anaérobies sulfito-réducteurs.

| | | | | | | | | |
|-----------|--------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Dilutions | Témoin | Témoin | 10^{-1} | 10^{-1} | 10^{-2} | 10^{-2} | 10^{-3} | 10^{-3} |
| | (PCA) | L'eau | | | | | | |
| | | peptonée | | | | | | |

| | | | | | | | | | |
|--------|---------|--|---------|--|---------|--|---------|--|--|
| Boite | Stérile | | Absence | | Absence | | Absence | | |
| Photos | | | | | | | | | |

➤ La gélatine extraite

Tableau 10 : Résultats de la recherche des spores anaérobies sulfito-réducteurs.

| | | | | | | | | |
|-----------|--------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Dilutions | Témoin | Témoin | 10^{-1} | 10^{-1} | 10^{-2} | 10^{-2} | 10^{-3} | 10^{-3} |
| | (PCA) | L'eau | | | | | | |
| | | peptonée | | | | | | |

| | | | | | | | | | |
|--------|---------|--|---------|--|---------|--|---------|--|--|
| Boite | Stérile | | Absence | | Absence | | Absence | | |
| Photos | | | | | | | | | |

Ce sont des formes résistantes d'organismes anaérobies. Les anaérobies sulfito-réducteurs (total des bactéries sporogènes réductrices) donnent après 18 à 24 heures des colonies noires par réduction du sulfite et production de sulfure de fer.

Dans nos échantillons il y a absence total des colonies noirs, donc il n'y a pas des spores. Selon le codex œnologique international, les spores d'anaérobie sulfite-réducteurs doivent être absentes sur un échantillon de 1 g.

Conclusion

La source des gélatines importées et commercialisées est souvent inconnue car la gélatinerie cache plusieurs secrets et la méthodologie de fabrication pose plusieurs questions concernant l'origine de la matière première utilisée. Il est également important de souligner que même lorsque les matières premières émanent d'animaux sains, les étapes de préparation de la gélatine à partir de l'animal passant par l'abattage jusqu'à la fabrication et le conditionnement de la gélatine reste trop difficile.

L'objectif de notre travail est d'une part de traiter l'os bovin par un traitement alcalin pendant une période de 2 mois afin d'extraire la gélatine de type B passant par différentes méthodes allant de : la cuisson, la pasteurisation, la filtration jusqu'au séchage et obtention de la matière sèche en poudre, et d'autre part, nous intéressons à l'évaluation de la qualité technologique à partir du dosage des protéines, la détermination de l'humidité et à la qualité sanitaire par la recherche et le dénombrement de la flore totale aérobie et les spores sulfito-réducteurs.

Le rendement obtenu est relativement faible (17g) par rapport à certains travaux effectués récemment par François Hérisant. L'obtention de la faible taux peut être expliquer par la faible concentration de l'acide utilisée et la durée de l'expérience (Liefroy, 2007).

Nos résultats présentent une différence en matière de la teneur en protéines par rapport à la gélatine commercialisée (665,58 g/kg \pm 1,01). Les deux échantillons sont conformes aux normes en vigueur (le codex œnologique international). La différence observée peut être due aux méthodes d'extraction ou le collagène n'est pas complètement hydrolysé.

Concernant le taux d'humidité les résultats obtenus pour la gélatine extraite (1,4%) est conforme aux normes, néanmoins la gélatine commercialisée (16,5%) est légèrement élevée par rapport aux normes ce qui favorise la multiplication bactérienne.

Pour le pouvoir de la gélification, les deux échantillons sont gélifiées à des conditions différentes, cependant la gélatine commercialisée se gélifie dans l'eau froide tandis que la gélatine extraite nécessite un chauffage suivi d'un refroidissement, les deux sont aux normes.

Les analyses microbiologiques révèlent une absence totale des spores sulfito-réducteurs dans les deux échantillons. Le dénombrement de la flore aérobie dépasse les normes (196363 UFC) dans l'échantillon commercialisé, contrairement à notre gélatine extraite qui présente des résultats dans les normes (481 UFC).

En perspective notre travail pourrait être développé et orienté vers certains points importants tels que :

- Elargir l'étude sur une gamme plus large d'échantillons (poisson, l'os de chameau).

- Développer la gamme des tests réalisés afin de déterminer l'innocuité et la salubrité de la gélatine traitée.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

1. **Andrieux, 2003** : La filière française des co-produits de la pêche et de l'aquaculture : Etat des lieux et analyse. DESS Exploitation des Ressources Vivantes Côtières. Université de Caen, 62p.
2. **Anonyme ., 2001**: Le Centre d'Information sur la Gélatine.
3. **Anonyme., 2003**: Guide de classification des sous-produits animaux et de leurs devenir, 15-52.
4. **Anred., 1988** : Les déchets des industries de traitement de surface, 252 p.
5. **Bahlali Ibtissem., 2014**: Extraction de l'hydroxyapatite à partir de l'os bovine, 23 p.
6. **Bateman J.F., Lamande S.R. et Ramshaw J.A.M., 1996**: « Collagen superfamily », dans « Extracellular Matrix », Ed. Comper W.D., Harwood Academic Press, Melbourne, 22– 67.
7. **Bliefert C. et Perraud R., 2008** : Chimie de l'environnement ; Air, eau, sols, déchets _ 2ème édition. De Boeck, 478 p.
8. **Bougeois C. M. et Leveau J., 1996** : Technique d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires, 331 p.
9. **Calvel R., 1984** : La boulangerie moderne. 10^{ème} édition. Paris, 460 p.
10. **Courts A., 1980**: The science and technology of gelatin. Academic Press: London.
11. **Foret S., 2003**: Etude d'un nouveau procédé de fractionnement des co-produits de fabrication de jambon sec et des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles des extraits et raffinats. Thèse de doctorat en sciences des agroressources .Université de Toulouse, 41 p.
12. **Fushini T; 2001**: Gels Handbook; The Fundamentals Academic Press, 1.
13. **Guiraud J.P., 2003** : Microbiologie alimentaire, 95-98.
14. **ISO N° 943., 1980**: Animal and vegetable fats and oils, determination of water content and entrainment method. 1^{ère} edition. London.
15. **Jones B.E., 1987**: In hard capsules-development and technology; Ridgway, K., Ed; The Pharmaceutical: London, 39-48.
16. **Keenan T. R., 1998** : La macromolécule de gélatine **16**, 92-111.
17. **Keys A., 1939**: A rapid micro-kjeldahl method. Journal of Biological Chemistry, 181-187.
19. **Landais S., 1997**: Caractérisation biochimique et isolement des glycoprotéines de l'os bovin à partir d'une préparation industrielle le complexe osséine-hydroxyapatite. Thèse de doctorat en sciences et technologies. Université de Lille, 6-38.

20. **Ledward D.A.,1986:** Gelation of gelatin : functional properties of food macromolecules, 171-201.
21. **Le Hir A., 2001 :** Pharmacie Galénique- Bonnes Pratiques de Fabrication des Médicaments', 8^{ème} éd. Paris, 76-78.
22. **Leroy J.B., 1997:** Les déchets et leurs traitement : les déchets solides industriels et ménagers. Presse Universitaires de France, Paris, 3ème édition 127 p.
23. **Liffroy Céline., 2007:** l'art d'extraire la gélatine des os dans la première moitié du XIX^{ème} siècle, **14**, 37-48.
24. **Linder M., 1996:** Optimisation d'un procédé de valorisation de co-produits d'abattage par hydrolyse enzymatique. Propriétés fonctionnelles et nutritionnelles des hydrolysats. Thèse de doctorat, 18-24.
25. **Liu D., Nikoo M., Boran G., Zhou P., Regenstein J. M., 2015 :** Collagen and Gelatin. *Annu Rev Food SciAgric* **6**, 527-557.
26. **Miquel G., 1998:** Recyclage et valorisation des déchets ménagers, **18**, 15-52, 245 p.
27. **Navarro A. et al., 1994 :** Gestion et traitement des déchets", *Techniques de l'ingénieur*, traités généralités et construction, 32 p.
28. **Nimni M.E. et Harness R.D., 1988:** "Molecular structures and functions of collagen" dans "Collagen", Vol I, ed. Nimni M.E., CRC Press, Boca-Raton, 1-78.
29. **Nozawa S., 2005:** Method Performance Study of the Determination of Total Nitrogen in Soy Sauce by the Kjeldahl Method, **21**, 1129 – 1132.
30. **Ottani V., Martini D., Franchi M., Ruggeri A. et Raspanti M., 2002:**“Hierarchical structures in fibrillarcollagens”, **33**, 587-596.
31. **Palard M., 2007:** Synthèse et frittage d'hydroxyapatites phosphocalciques silicatées. Thèse de doctorat. Université de limoges, 7-8.
32. **RBII K., 2010:** Formation d'agrégats de hauts poids moléculaires dans la gélatine et comportement en solution aqueuse. Thèse de doctorat en pathologie, toxicologie, génétique et nutrition. Université de Toulouse, 21-38.
33. **Ricard - Blum S.et Ruggiero F., 2005:** The collagen superfamily: from the extracellular matrix to the cell membrane, **53**, 430-442.
34. **Selmane D, 2010:** Etude de l'extraction des protéines de co-produits d'abattage et de leur valorisation comme ingrédients fonctionnels, p5.
35. **Street H. et al., 2012:** Gelatin Manufacturers Institute of America, **47**, 4546 p.
36. **Veis A., 1964:** The macromolecular chemistry of gelatin. Academic Press: London.
37. **Widyaninggar A., Triwahyudi K .et Rohman A., 2012:** Differentiation between porcine

and bovine gelatin in capsule shells based on amino acid profiles and principal component analysis, Indonesian .J. Pharm., **23**, 104-109.

38. **Williams P., Sobering D.et Antoniszyn J., 1998**: Méthodes de détermination de la teneur en protéines à la Commission canadienne des grains, 12 p.

Annexe



Etuve.



Balance analytique.



Dessiccateur.



Bain marie.



Distillateur.



Minéralisateur.

Résumé

Avec le développement du mode de vie actuelle, le monde subit plusieurs changements dans les habitudes alimentaires, ce qui conduit à une production élevée de déchets qui nécessitent soit une élimination est par conséquence perte économique ou un traitement et valorisation afin de protéger l'environnement et donner naissance à des nouveaux produits alimentaires destinés à l'utilisation humaine dans le domaine alimentaire, médicale ou photographique.

La gélatine c'est l'un de ces produits qui extraite apartir de l'os bovine par différents méthodes : prétraitement, traitement alcalin et extraction qui inclut ; la cuisson, la filtration, la pasteurisation et enfin le séchage.

La gélatine obtenue dite de type B contient un taux de protéine égale à 146,4 g /kg \pm 9,6 et d'humidité égale à 1,4% avec un pouvoir de gélification après chauffage élevé.

La qualité sanitaire de la gélatine est conforme aux normes grâce à l'absence totale des spores sulfito-réducteurs et le faible nombre des FTAM.

Mots clés : Déchets, gélatine, protéines, pouvoir de gélification.

تلخيص

مع تطور طريقة الحياة الحالية، أصبح العالم يشهد الكثير من التغييرات خصوصاً من ناحية العادات الغذائية، مما أدى إلى ارتفاع إنتاج النفايات التي يتطلب الأمر إما التخلص منها و بالتالي خسائر اقتصادية معتبرة أو معالجتها و إعادة استعمالها من أجل حماية البيئة من جهة و من جهة أخرى إنتاج مواد غذائية جديدة موجهة للاستعمال البشري سواء في مجال التغذية، المجال الطبي أو الفوتوغرافي. من بين هذه المنتجات نجد الجيلاتين، حيث يستخرج انطلاقاً من عظام البقر عن طريق أساليب مختلفة: مرحلة ما قبل العلاج، العلاج القاعدي و مرحلة الاستخلاص التي تشمل؛ النضج، الترشيح، البسترة وأخيراً التجفيف.

الجيلاتين المتحصل عليه يسمى جيلاتين B حيث يحتوي على نسبة بروتينات تساوي $146,4 \pm 9,6$ غ/كغ ونسبة رطوبة 1,4% مع قوة تبلور عالية بعد التسخين.

سلامة الجيلاتين متوافقة مع الغياب التام للجراثيم الضارة.

كلمات البحث: النفايات، الجيلاتين، البروتينات، وطاقة التبلور.

Abstract

With the development of the current way of life, the world is undergoing several changes in eating habits, which leads to a high production of waste that require either elimination is consequently economic loss or treatment and upgrading in order to protect the environment and Give rise to new food products intended for human use in the food, medical or photographic field.

Gelatin is one of those products which are extracted from bovine bone by various methods: pretreatment, alkaline treatment and extraction which includes; Cooking, filtration, pasteurization and finally drying.

The gelatin obtained, said type B, contains a protein level equal to 146, 4 g/kg \pm 9,6 And a moisture equal to 1,4% With a high gelling power after heating.

The sanitary quality of the gelatin conforms to the standards due to the total absence of the sulfite-reducing spores and the low number of the FTAMs.

Keywords: waste, gelatin, proteins, gelling power.