



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 بوعرييريج

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 Alimentaires

Spécialité : Qualité des produits et sécurité alimentaire

Thème

**Stabilisation et amélioration des caractéristiques
organoleptiques d'un jus d'orange par usage
d'ultrason**

Présenté par :

- ALI DAHMANE Messaouda
- SAAD SAOUD Amel

Devant le jury :

Présidente :	M ^{me} SEID L.	MCB	(Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi)
Encadreur:	M ^r BENYOUCEF N.	MCB	(Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi)
Examineur 1:	M ^r TOUATI N.	MCA	(Univ: Mohamed El Bachir El Ibrahimi)

Année universitaire : 2017/2018

Remerciements

Avant tout, on remercie Dieu le tout puissant, de nous avoir donné le courage, la force, la persistance et de nous avoir permis de finaliser ce travail dans de meilleurs conditions.

*Ce travail a été dirigé par **M^r BEN YUCEF Nabil** notre promoteur, nous le remercions pour nous avoir donné des conditions de travail indispensables au développement d'une recherche efficace.*

Merci pour votre idée, de votre soutien constant, de votre aide précieuse et de vos conseils durant nos essais.

*Nous remercions également nos jurés **M^{me} SAID Lamria** et **M^r TOUATI Noureddine**, tous nos enseignants de département de Biologie et les ingénieurs de laboratoires :*

M^r MIKHALFI, Fouad, Khadidja, Khalil et autres.

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

À MES CHERS PARENTS

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance, Merci de m'a soutenu et encouragé dans tous les domaines et surtout pour réaliser ce mémoire. Et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

*Ma Mère **Aicha***

*À mon marie **Imad** et sa famille **Bair***

À mes adorables sœurs

Hossna et Chaima

*À toute la famille « **ALI DAHMANE** » et « **BOUNOUA** »*

A mes cousins et mes cousines.

A tous mes enseignants et mes amies

Et mes camarades de la promotion « qualité du produit et sécurité alimentaire 2018 »

Je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protégé et vous garde.

A tous ceux qui me connue.



Messaouda

Dédicace

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que dieu te garde, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

Aux personnes dont j'ai bien aimé, à tous mon cher frère Akram et mes adorables sœurs Asma et Akila.

A mes meilleurs cousins Abd al kodos, Abd al wadoud, Ilyes et ma petite Israa.

A Ma Grand-Mere Cherie

Qui m'a accompagné par ses prières, sa douceur, puisse Dieu lui prêter longue vie et

beaucoup de santé et de bonheur dans les deux vies.

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient

toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagnaient durant

toute ma vie, mes aimables amis, collègues d'étude, et toute ma famille.

Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire, du moyen, de secondaire ou de l'enseignement supérieur.

A tous ceux qui me connue.

Je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protégé et vous garde.



AMEL

Sommaire

Résumés

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction	1
--------------------	---

Synthèse bibliographique

I. L'ultrason

I.1. Généralités sur les ultrasons	3
I.2. La cavitation	3
I.2.1. Types de cavitation.....	5
I.2.2. Les facteurs affectant la cavitation	5
I.2.3 Relation entre la cavitation et la chimie	6
I.3. Types d'ultrasons.....	6
I.4. Les différents systèmes d'ultrasons	7
I.4.1. Système de bain.....	7
I.4.2 Système à sonde immergé	7
I.5. Applications des ultrasons pour le traitement des produits alimentaires	9
I.5.1. Application sur les systèmes liquides	9
I.5.1.1 Systèmes liquides homogènes	9
I.5.1.2. Systèmes hétérogènes solide-liquide	10
I.5.1.3. Systèmes liquide-liquide non-miscibles.....	10
I.5.2. Les ultrasons de puissance dans les systèmes gazeux	10
I.5.3. Quelques applications d'ultrason dans l'industrie alimentaire	11
I.5.3.1. L'inactivation microbienne	11
I.5.3.2. L'effet sur la formation de mousse	12
I.5.3.3. le dégazage/l'évacuation de l'air	12
I.5.3.4. La Cuisson	13
I.5.3.5 La Congélation et la cristallisation	13
I.5.3.6 L'attendrissement de la viande	13
I.5.3.7. Le Saumurage et le marinage	13
I.5.3.8 Le séchage	14

I.5.3.9. L'extraction	14
I.5.3.10. L'homogénéisation/l'émulsification	14
I.5.3.11. La coupure	15
I.5.3.12. Le nettoyage	15
I.5.3.13. L'inactivation des enzymes	15

Partie expérimentale

II. Matériel et méthodes

II.1. Extraction du jus et préparation des échantillons	17
II.2 Traitement par ultrasons	17
II.2.1 Estimation de l'intensité ultrasonique	18
II.3 Analyses physicochimiques des jus	18
II.3.1 Détermination du pH (norme AFNOR, 1970)	19
II.3.2 Détermination de l'acidité titrable du jus d'orange	19
II.3.3 Détermination de l'extrait sec ou degré Brix	19
II.3.4 Détermination de l'indice de Cloud	20
II.3.5 Détermination de l'indice de brunissement (BI)	20
II.4 Analyses microbiologiques	20

III. Résultats et discussion

III. 1. Effet du traitement aux ultrasons sur la qualité physico-chimique du jus	22
III.1.1 Effet sur le pH	22
III.1.2 Effet sur l'acidité titrable	23
III.1.3. Effet sur le taux d'extrait sec	23
III.1.4. Effet des ultrasons sur l'indice de Cloud	24
III.1.5. Effet sur l'indice de Brunissement (BI)	25
III.2 Effet des ultrasons sur la qualité microbiologique	26
Conclusion	27

Références bibliographiques

Résumés

Résumé

L'effet de la sonication sur le pH, °Brix, l'acidité titrable, l'indice de Cloud, l'indice de brunissement et la charge microbienne ont été étudié au cours du stockage d'un jus d'orange fraîchement extrait. Une intensité ultrasonique de 3538.5 w/cm² et des temps de traitement de 0 (contrôle) ; 15 ; 10 ; 7,5 et 3 min ont été testés. Les résultats ont montré que les ultrasons n'ont aucun effet sur pH, l'indice de Cloud et le taux de la matière solide soluble (TSS) exprimé en degré Brix, tandis que l'acidité titrable, l'indice de brunissement (BI) et la qualité microbiologique ont été améliorés.

Mots clés: Ultrasons, jus d'orange, Qualité, Paramètres sélectifs.

ملخص

تأثير الموجات فوق الصوتية على الأس الهيدروجيني، مؤشر بريكس، مؤشر الحموضة المعايرة، مؤشر كلود، مؤشر الاسمرار الإنزيمي والحمولة الميكروبية أثناء تخزين عصير البرتقال الطازج. تم اختبار شدة الموجات فوق الصوتية من 3538.5 واط/سم² وأوقات العلاج من 0 (الشاهد)، 15، 10، 7.5 و3 دقائق. أظهرت النتائج أن الموجات فوق الصوتية ليس لها أي تأثير على الرقم الهيدروجيني، ومؤشر كلود والمواد الصلبة الذائبة المعبر عنها في بريكس، بينما تم تحسين الحموضة المعايرة ومؤشر الاسمرار الإنزيمي والجودة الميكروبيولوجية.

الكلمات الرئيسية: الموجات فوق الصوتية وعصير البرتقال والجودة والاعدادات الانتقائية.

Abstract

The effect of sonication on pH, °Brix, titratable acidity (TA), cloud index, browning index and microbial load during storage of freshly extracted orange juice. An ultrasonic intensity of 3538.5 w / cm² and treatment times of 0 (control); 15; 10; 7,5 and 3 min were tested. The results showed that the US has no effect on pH, cloud index and soluble solids content (TSS) expressed in Brix, while titratable acidity, browning index (BI) and microbiological quality have been improved.

Keywords: Ultrasound, orange juice, Quality, Selective Parameters.

Liste des abréviations

AFNOR: Association Française de Normalisation.

BI: Indice de brunissement.

C: Celsius.

cm: Centimètre.

CODEX STAN: Codex Standard.

Cp: Chaleur spécifique du jus d'orange.

D: Diamètre de la sonde.

dT: Changement de température.

dt: Changement de temps.

f: Fréquence de la pression d'onde.

FTAM: Flore total aérobie mésophile.

g: Gramme.

g: Gravité.

GN: Gélose nutritif.

H⁺: Ion hydrogène.

I: Intensité.

jr: Jour.

K: Kelvin.

Kg: Kilogramme.

KHz: Kilohertz.

KJ: Kilojoule.

L: Litre.

m: Masse.

MHz: Mégahertz.

min: Minute.

ml: Millilitre.

mm: millimètre.

N: Normalité.

NaOH: Hydroxyde de sodium.

nm: Nanomètre.

OH⁻: Ion hydroxyde.

P: Puissance.

P_A: Amplitude de la pression acoustique.

pH: Potentiel Hydrogène.

PME: Pectine méthyle estérase.

S: Seconde.

Sin: Sinus.

T: Température.

T: Temps.

TSS: Totale des solides solubles.

UFC: Unité formant colonie.

UI: Intensité ultrason.

US: Ultrason.

UV: Ultra-violet.

v: Volume.

W: Watt.

Liste des tableaux

Tableau I: Effets d'ultrason en combinaison avec la chaleur et la pression.....	12
Tableau II: L'effet de l'intensité d'ultrason et le temps de traitement sur le pH.....	22
Tableau III: L'effet de l'intensité d'ultrason et le temps de traitement sur l'extrait sec ou Brix.....	24
Tableau IV : L'effet de l'intensité d'ultrason et le temps de traitement sur l'indice de Brunissement BI	25
Tableau V : L'effet de l'intensité d'ultrason et le temps de traitement sur l'activité microbiologique.....	26

Liste des figures

Figure 1: Génération, croissance et éclatement de bulles résultante du phénomène de cavitation.....	4
Figure 2: Système à sonde immergée.....	8
Figure 3: Différente formes des lames de coupe ultrasoniques.....	15
Figure 4: Schéma d'ultrason de type probe.....	17
Figure 5: Evolution de l'acidité titrable durant la période de stockage à 4°C.....	23
Figure 6: Effet des ultrasons sur l'indice de Cloud.....	25

Introduction

Introduction

Le jus d'orange est le jus prédominant fabriqué par industrie des boissons dans le monde entier, qui nécessite un traitement de conservation afin de préserver ses qualités depuis sa production jusqu'à sa consommation. Il est bien établi que les techniques thermiques traditionnelles peuvent prolonger la durée de conservation des jus, assurer leur sécurité et maximiser les performances dans le traitement des jus de fruits. Cependant, ils peuvent causer des pertes dans les paramètres nutritionnels, physicochimiques, rhéologiques et organoleptiques (**Gómez et al., 2011**).

Bien que le traitement thermique reste la technique de pasteurisation la plus largement employée, le développement de techniques alternatives de conservation s'avère indispensable afin de minimiser les modifications des qualités organoleptiques et nutritionnelles des jus traités (**Tiwari et al., 2008**).

Les traitements non thermiques qui offrent la possibilité d'inclure les champs électriques et magnétiques, les radiations ionisantes, la pression hydrostatique et les ultrasons sont d'un développement récent permettant de traiter efficacement les denrées alimentaires. Récemment, il a été rapporté que le traitement d'ultrason est un moyen attrayant en science et technologie des aliments en raison de son effet prometteur en traitement et la conservation des produits alimentaires (**Shifeng Cao et al., 2010**).

Dans les sciences de l'alimentation, les ultrasons ont un large éventail d'application comme: l'inactivation microbienne, le séchage, l'extraction, l'homogénéisation, la coupe, l'émulsification, le nettoyage, le dégazage et l'inactivation des enzymes (**Meram et al., 2016**).

L'effet puissant causé par la propagation des ondes ultrasons dans un liquide, est le résultat d'un phénomène sonochimique appelé cavitation dû essentiellement au changement de pression. La formation et l'éclatement violent de microbulles permettra l'inactivation des micro-organismes, des enzymes et de contribuer au catalyse des réactions chimiques et biochimiques (**Zang, 2004**).

La présente étude a pour objectif de tester la possibilité d'utiliser les ultrasons de faibles fréquences comme nouvelle technologie de traitement des jus de fruits afin de minimiser l'utilisation des conservateurs chimiques et assurer une stabilisation et une amélioration des caractères organoleptiques des produits traités.

L'ensemble de nos travaux de recherche sont résumés en trois parties :

- La synthèse bibliographique fait le point sur les connaissances actuelles sur les ultrasons et leurs applications ainsi que les effets causés par ces radiations.
- La deuxième partie présente les montages et les appareillages spécifiques utilisés lors des expérimentations.
- La dernière partie présente les résultats expérimentaux et les améliorations obtenus par usage d'ultrasons comme nouvelle technologie de traitement des denrées alimentaires.

Synthèse

Bibliographique

L'ultrason

"Il faut manger pour vivre et non vivre pour manger"

Cicéron, Rhétorique à Herennius.

I. L'ultrason

I.1. Généralités sur les ultrasons

L'irradiation par les ultrasons est largement utilisée en chimie et autres. Les techniques de prise d'images utilisent l'écholocation, tel que les systèmes de SONAR pour la détection de cibles ou l'échographie en médecine considéré comme le meilleur usage connu des ultrasons. Les applications chimiques s'étendent à de nombreux domaines comme la chimie organique et organométallique, les sciences de la matière, l'agroalimentaire et la recherche médicale (**Mason et al., 2001; Luche et al., 1998; Mason et al., 2002**).

La sonochimie partage avec la chimie qui va dans la direction du développement durable les mêmes buts à savoir l'usage de moins de produits chimiques et de solvants, réduction de la consommation d'énergie et augmentation des produits et métabolites (**Mason, 2003 ; Mason et al., 2002**). Ceci nous amène à remarquer, que les ultrasons et la chauffe par micro-ondes sont dans beaucoup de cas des techniques complémentaires pour la conduite de réactions chimiques. La sonochimie est en fait une chimie unique et distinctive dans laquelle les propriétés physiques du milieu jouent un rôle décisif sur la réactivité chimique.

Les ultrasons ne réagissent pas directement avec les liquides lors d'une réaction chimique mais ils induisent plusieurs effets physiques dans le liquide qui aident à augmenter le taux de la réaction; à savoir la cavitation.

I.2. La cavitation

La pression d'une onde acoustique consiste en compressions alternatives dans un milieu transmettant la propagation au milieu le long de la direction de l'onde. Quand une grande pression négative est appliquée à un liquide, les forces intermoléculaires de Van der Waals ne sont pas assez fortes pour maintenir la cohésion, des petites cavités ou des microbulles remplis de gaz sont formés. La rapide nucléation, l'augmentation et l'éclatement de ces bulles de l'ordre du micromètre constitue le phénomène de cavitation, accidentellement observé par hasard à la fin du 19e siècle par Thorneycroft et Barnaby ; les dégâts ainsi causés par une violente agitation et une rapide formation et éclatement de bulles, transforment le liquide en deux phases liquide/vapeur (**Bremner, 1990**).

À très basse pression, les espaces intermoléculaires dépassent la distance intramoléculaire critique ainsi des bulles microscopiques se forment, oscillent avec le mouvement de l'onde et grandissent en dimension en emprisonnant de la vapeur du milieu liquide environnant et par agrégation avec les autres bulles du milieu (**Mason, 1999**). Après

quelques cycles elles grandissent et acquièrent une dimension instable et éclatent violemment en dégageant une énergie considérable en créant une température localisée pouvant aller jusqu'à 5000 °K (**Flint et al., 1991**).

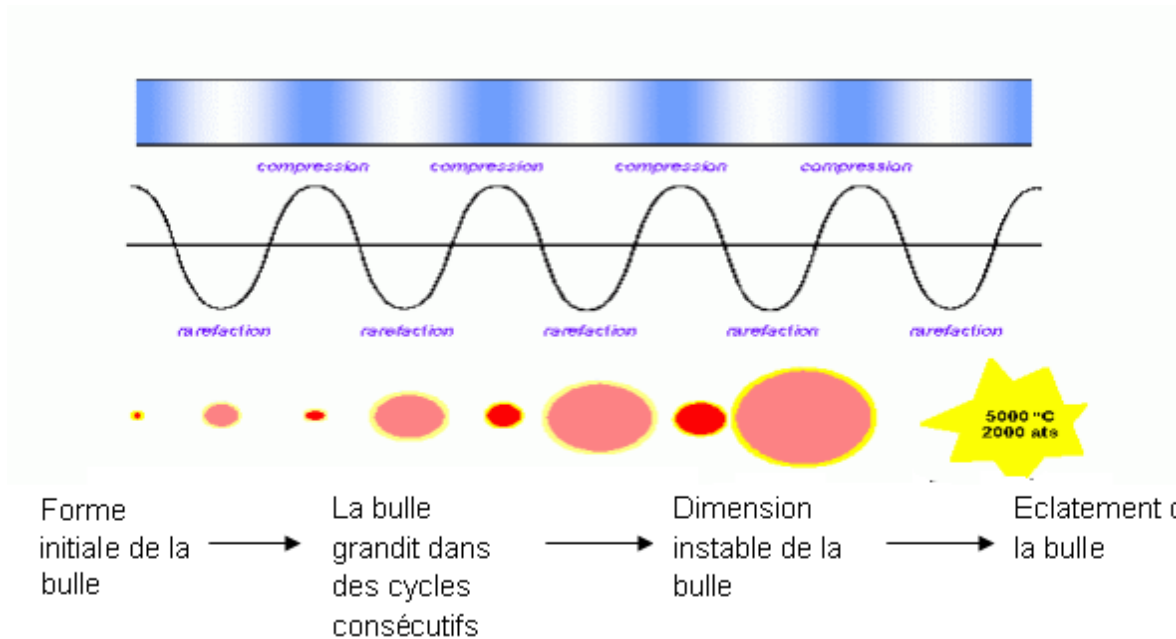


Figure 1: Génération, croissance et éclatement de bulles résultante du phénomène de cavitation (**Mason et al., 2002**).

La fréquence appliquée est un facteur important dans le contrôle de l'efficacité des traitements par les ultrasons. L'effet de la cavitation diminue quand on opère à hautes fréquences et augmente aux basses fréquences (**Petrier, 1992**). Deux paramètres physiques, la fréquence et l'intensité des ultrasons, sont souvent très peu considérées lors d'une réaction chimique. Contrairement à la radiation électromagnétique le son n'est pas quantifiable, par conséquent un rapport direct entre son intensité et sa fréquence ne peut pas être établi. Une formule simplifiée de l'évolution temporelle de la pression $P(t)$ à un point donné d'un milieu est donnée par:

$$P(t) = P_A \sin(2\pi f t + \Theta)$$

Où P_A : est l'amplitude de la pression acoustique donnée en Pa ou bar

f : la fréquence de la pression d'onde.

Quand on augmente la fréquence, il est nécessaire d'augmenter aussi l'amplitude (ou l'intensité) de l'irradiation pour maintenir la même énergie de cavitation. C'est pourquoi il devient plus difficile d'avoir le phénomène de la cavitation aux hautes fréquences, surtout dans le domaine du MHz. La Cavitation ne se produit pas seulement pendant un courant turbulent, mais aussi sous l'irradiation ultrasonique. Les ultrasons à hautes intensités, au-dessus et en dessous du seuil de cavitation, peuvent être utilisés pour rehausser des réactions chimiques et

pour réduire le temps de la réaction ou changer la structure moléculaire d'un produit. Les transducteurs d'ultrasons qui peuvent opérer en dessous de 100 kHz sont utilisés habituellement dans ce but. De plus, les ultrasons produisent les deux oxydes (OH^\cdot) et radicaux réducteurs (H^\cdot) sous certaines conditions (**Suslick, 1988**).

I.2.1. Types de cavitation

En général, les sonochimistes distinguent entre deux types de cavitation: stable et transitoire. La cavitation stable se produit quand les microbulles contiennent principalement un gaz (par exemple : l'air) et leur vie moyenne est beaucoup plus longue qu'un cycle d'ultrasons, du fait de l'augmentation, de la fréquence de résonance. Les microbulles conduisent à des pressions anodiques où ils induisent des réactions chimiques (**Leighton, 1994**).

Inversement, la cavitation transitoire est un phénomène de plus courte durée: une cavité est plus rapidement formée, elle contient principalement de la vapeur du liquide et éclate après quelques cycles. À une intensité d'ultrason de quelques w.cm^{-2} , probablement les deux types de cavitation se produisent. Comme la plupart des travaux ont été consacré à la cavitation transitoire, elle est aussi souvent considérée comme la plus efficace pour promouvoir des réactions chimiques, ce qui est probablement vrai pour les expériences menées à de hautes intensités d'ultrasons qui permettent d'éviter la formation d'ondes stationnaires. Néanmoins, à de basses intensités, la formation d'ondes vagues a le plus de chance de se produire et que l'on atteint un nombre de bulles et des rendements considérables (**Lepoint et al., 1998**).

I.2.2. Les facteurs affectant la cavitation

La Cavitation se fait en trois étapes par les processus de nucléation, l'augmentation puis la rupture des bulles de gaz dans l'enceinte du liquide. Pendant l'implosion des bulles une chaleur intense se dégage. Les points chauds localisés ont une température de 5000°k , la pression est approximativement de 500 atmosphères, avec un temps de quelques microsecondes. Ce sont ces hautes températures et pressions qui affectent les réactions chimiques. Les facteurs affectant l'intensité de la cavitation sont décrits comme suit (**Kappe, 2004**):

- Température
- Pression statique dans le liquide
- Dimension des bulles, nombre de nucléons, et la fréquence du son appliquée
- Intensité du son
- Atténuation des caractéristiques de bulles

- La tension de surface du liquide
- Pression de vapeur
- Concentration et taux de diffusion des gaz dissous
- Viscosité, force de cohésion et densité du liquide
- Taux de transfert de chaleur dans le fluide
- Distribution locale de l'intensité du son

I.2.3 Relation entre la cavitation et la chimie

Bien que les principes de la cavitation paraissent sans rapport d'un point de vue pratique avec la chimie, la sonochimie met en valeur et montre comment une énergie aussi importante peut être appliquée dans un simple erlen. Le plus important dans la sonochimie est que son effet sur un solvant ne devraient pas être évalué sur des paramètres comme : l'acidité, basicité, le moment dipolaire, etc., mais prendre plutôt en compte la viscosité, la volatilité et les gaz dissous, qui sont tous directement impliqués dans la formation de bulles et donc de l'énergie produite (**Mason, 1991**).

I.3. Types d'ultrasons

Les ultrasons peuvent être divisés en deux catégories (**Mason et al., 2002**):

- L'ultrason à haute intensité: Ces ondes ont un grand pouvoir et typiquement une basse fréquence. Si ces ondes sont appliquées aux liquides, elles ont la possibilité de produire des changements physiques et chimiques dans ces derniers. Elles sont utilisées dans l'industrie pour le soudage, le nettoyage et la réalisation des réactions chimiques dont la gamme des fréquences s'étale de 20 à 100 KHz.
- L'ultrason à basse intensité: Ces ondes possèdent des hautes fréquences et une faible intensité. Elles ne causent pas de changements physiques ainsi que chimiques. Elles sont utilisées pour la mesure de la vitesse et le coefficient d'absorption des ondes dans un milieu essentiellement pour l'imagerie médicale, les soins dentaires etc. Les hautes fréquences d'ultrasons ont de petites longueurs d'ondes qui permettent la détection et l'imagerie de petites surfaces à haute définition, dans ce cas des fréquences de 1 à 10 MHz sont utilisées.

Les chiens et les souris ont une limite de fréquence audible supérieure à celle de l'oreille humaine. Le son de l'ultrason peut être utilisé pour rappeler un chien ou pour effrayer des rongeurs et des insectes. Les plus jeunes individus peuvent entendre des sons aigus alors que

les adultes en sont incapables. Pour les êtres humains la limite supérieure d'audition s'amointrit avec l'âge.

Les ondes ultrasons sont utilisées dans l'industrie depuis de nombreuses années. La première application commerciale des ultrasons remonte en 1917, pour estimer la profondeur d'eau à travers une technique d'écho-son (**Chand, 2008**).

I.4. Les différents systèmes d'ultrasons

I.4.1. Système de bain

Les bains ultrasoniques ont été fabriqués à l'origine à des fins de nettoyage. Le réacteur de nettoyage ultrasonique se trouve à l'intérieur mais l'on peut directement utiliser l'enceinte de l'appareil tout entier comme réacteur ce qui exigera une agitation mécanique supplémentaire.

Le système d'ultrasons à bain présente une intensité inférieure comparé à d'autres systèmes d'ultrasons comme le système à sonde immergé ; les résultats peuvent être difficilement reproductibles à cause de l'emplacement de l'échantillon et de la variation de la chauffe dans le réacteur (**Fang et al., 1996**). Un autre inconvénient des systèmes à bain est que le fluide qui entoure le réacteur peut monter en température, et rendre l'entretien des conditions isothermes difficiles.

I.4.2 Système à sonde immergé

Les systèmes à sonde immergée, aussi appelés systèmes de la corne, sont utilisés plus fréquemment pour les recherches sonochimiques dans le laboratoire, parce qu'ils peuvent atteindre de plus grandes amplitudes vibratoires. Le système à sonde immergée peut délivrer directement au mélange réactionnel de grandes intensités d'ondes d'ultrasons et ce en variant l'amplitude au transducteur.

Les transducteurs modernes qui sont utilisés dans les systèmes ultrasoniques sont presque tous basés sur un schéma piézoélectrique accentué.

Les éléments du piézoélectrique seraient une composition du zirconate, de titanate dont le rôle est d'avoir une haute activité associée à des pertes minimales (**Grewell, 2003**).

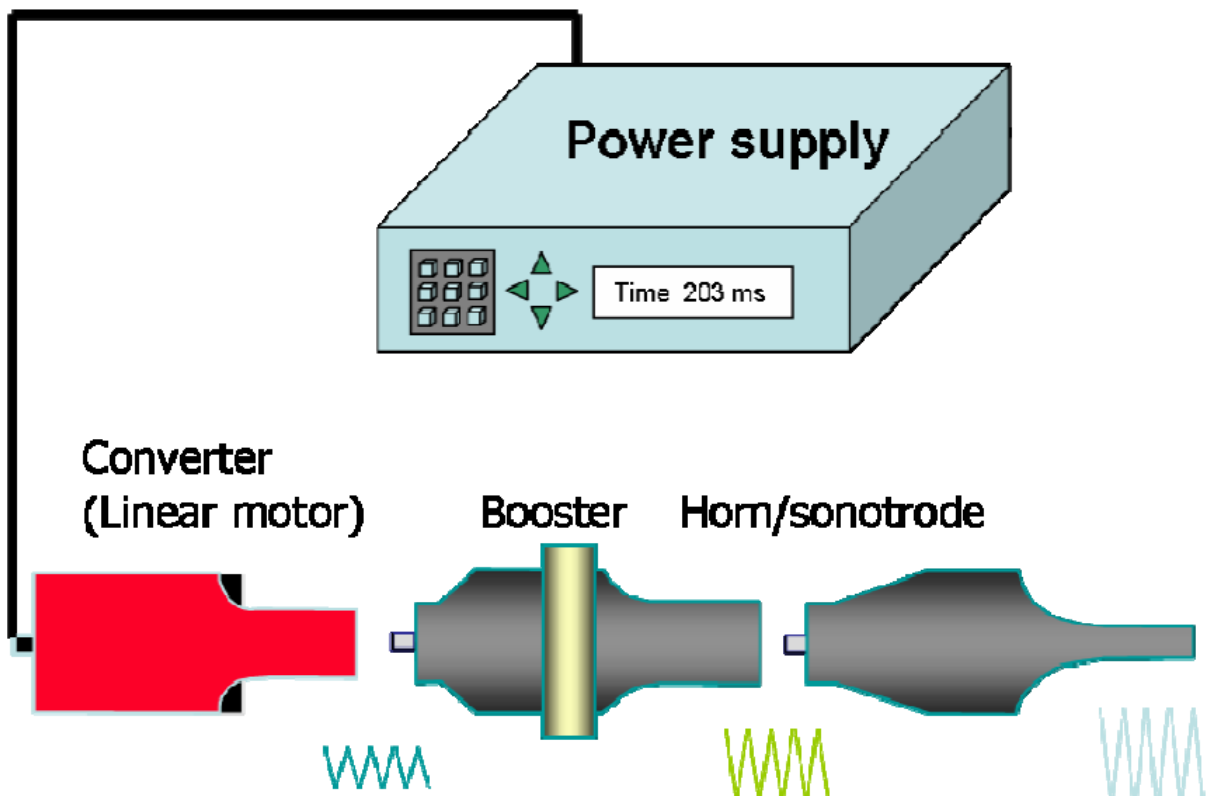


Figure 2 : Système à sonde immergée (Chand, 2008).

Utiliser les systèmes d'ultrasons à sonde immergée présente les inconvénients suivants:

- Une érosion et un effritement de la pointe de la sonde, ce qui pourrait occasionner une contamination de la solution en réaction.
- À cause de pertes géométriques et des problèmes de découplage acoustiques, il est impossible de transmettre des intensités de cavitation à une immersion de la sonde à moins de 2-5 centimètres.
- Les systèmes à sonde immergée ne peuvent pas transmettre des ultrasons à un grand volume réactionnel.
- Les hautes intensités augmentent la possibilité d'altérer et d'endommager l'appareil et le fait qu'il puisse tomber en panne.

Il existe quatre composantes majeures d'un système d'ultrasons à sonde immergée qui sont : la source d'énergie, le convertisseur (transducteur), l'amplificateur et la sonde. L'énergie électrique fournie par la source d'énergie est transformée par le convertisseur en fréquences d'ultrasons. Les fréquences d'ultrasons sont par la suite transmises à travers un amplificateur à la sonde. L'amplificateur aide à augmenter l'amplitude produite par le convertisseur. La sonde est un outil acoustique qui transfère l'énergie vibratoire directement au milieu réactionnel.

I.5. Applications des ultrasons pour le traitement des produits alimentaires

Les ultrasons de puissance peuvent être appliqués pour induire des changements dans les milieux liquides, solides et media gazeux.

I.5.1. Application sur les systèmes liquides

Comme n'importe quelle onde sonore, l'ultrason se propage dans un liquide par l'intermédiaire d'une série de vagues de compression et de raréfaction induites dans les molécules du milieu. À la puissance suffisamment élevée, le cycle de raréfaction peut devenir plus grand que les forces attractives entre les molécules du liquide et des petits vides se forment simultanément; ceci est connu comme seuil de cavitation du système (**Leighton, 1994**). Formées de cette façon les bulles se distribuent dans tout le liquide et augmentent de taille progressivement jusqu'à l'effondrement de la cavité ainsi formée ce qui provoque des modifications chimiques et mécaniques du système ou se propagent ces ondes acoustiques. Par exemple, dans les systèmes aqueux exposés à des ultrasons de 20 kHz, l'effondrement des bulles de cavitation agit en tant que « point névralgique » localisé, produisant des températures environ de 4000° K et de pressions au-dessus de 1000 atmosphères.

I.5.1.1 Systèmes liquides homogènes

Quand une bulle de cavitation est formée dans un liquide en vrac, à partir de la surface, l'effondrement est symétrique, avec une précipitation dans tous les côtés. Il existe trois zones importantes dans lesquelles l'effondrement de cavitation peut influencer les liquides homogènes : dans les périphéries du liquide, où l'effondrement rapide de la bulle produit des forces de cisaillement qui à leurs tours peuvent produire des effets mécaniques tels que la rupture des chaînes des polymères; dans la bulle elle-même, où toutes les espèces présentes seront soumises aux conditions de l'effondrement des bulles de telles sortes que des liaisons chimiques peuvent être cassées; dans la zone liquide entourant la bulle s'effondrée, dans laquelle et pendant une courte durée, des espèces actives telles que des radicaux hydroxyles sont éjectées avec une grande énergie à partir du noyau de la bulle (**Mason, 2007**). Dans la théorie, l'énergie exigée pour créer la cavitation dans un liquide pur est très haut. Heureusement, la plupart des liquides contiennent quelques discontinuités (impuretés), comme les bulles de gaz dissoutes ou de poussière, qui agissent en tant que points faibles et permettent aux bulles de se former aux énergies beaucoup plus inférieures au seuil exigé.

I.5.1.2. Systèmes hétérogènes solide-liquide

À la différence de l'effondrement des bulles de cavitation dans le liquide en vrac, l'effondrement d'une bulle de cavitation en dessus ou en s'approchant d'une surface solide est asymétrique parce que la surface solide fournit la résistance aux liquides. Le résultat de l'effondrement est une irruption de liquide principalement vers l'extérieur de la bulle, ayant pour résultat la formation d'un jet de liquide puissant équivalent à celui d'un jet à haute pression et c'est la raison pour laquelle les ultrasons sont employés pour le nettoyage (**Mason et al., 2002**). Cet effet peut également augmenter le transfert de masse et de chaleur à la surface par rupture des couches limites.

La cavitation acoustique peut également produire des effets notables sur les poudres suspendues dans un liquide. Les irrégularités extérieures ainsi que le gaz emprisonné peuvent agir comme des noyaux pour la formation de bulles de cavitation sur la surface d'une particule et l'effondrement suivant peut alors mener à des ondes chocs qui cassent les particules. Dans ces conditions, la cavitation acoustique peut forcer le mouvement des particules, et par conséquent un effet dispersif accompagne la collision inter-particulaire, ce qui peut mener à une érosion et une réduction de la taille des particules (**Timothy et al., 2010**).

I.5.1.3. Systèmes liquide-liquide non-miscibles

L'émulsification avec l'ultrason a été rapportée pour la première fois en 1927 et s'est avéré être une technologie très efficace que l'émulsification conventionnelle. Elle est provoquée par les effets mécaniques généraux de la cavitation. Ceux-ci mènent à l'émulsification/à homogénéisation très efficaces dues aux propriétés de mélange de la bulle cavitationnelle s'effondrent près de l'interface. Les émulsions résultant ont la grande stabilité, et les gouttelettes sont uniformes et de petites tailles, ce qui justifie l'utilisation des ultrasons dans l'industrie alimentaire (**Abismar" I B et al., 1999**).

I.5.2. Les ultrasons de puissance dans les systèmes gazeux

L'utilisation des d'ultrasons aéroportés dans le traitement des systèmes gazeux est moins répandu par rapport au traitement ultrasonique des liquides en raison des difficultés rencontrés pendant l'application des ultrasons aux systèmes gazeux. Il existe une plus grande atténuation (la perte de puissance) dans la transmission du bruit par l'air (**Riera et al., 2006**).

I.5.3. Quelques applications d'ultrason dans l'industrie alimentaire

L'inactivation microbienne, écumer/l'écumage, le dégazage/l'évacuation de l'air, la cuisson, la congélation et la cristallisation, l'attendrissement de viande, le séchage, le saumurage, le marinage, la filtration, l'extraction, l'homogénéisation/l'émulsification, le nettoyage, l'inactivation d'enzymes sont les principales applications des ondes ultrasons dans l'industrie alimentaire.

I.5.3.1. L'inactivation microbienne

L'efficacité du traitement thermique pour l'inactivation microbienne dépend essentiellement de la température et du temps. Par contre, l'importance du traitement (temps et température) est également proportionnelle à la quantité de perte nutritive, au développement des saveurs indésirables et à la détérioration fonctionnelle des propriétés des produits alimentaires. Certaines des solutions non thermal communes au traitement thermique conventionnel des produits alimentaires sont: l'impulsion-électrique, la microfiltration, l'inactivation par impulsion de lumière, la haute pression et l'ultra-sonication (**Piyasena, et al., 2003**).

L'effet des ultrasons sur les microorganismes a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches, dont la combinaison de ces ondes acoustiques avec la chaleur, la chloration, pressurisations est avérée efficace et permettent une augmentation de la létalité des microorganismes examinés (**Lillard, 1993 ; Rahman, 1999**). **Sala et al. (1995)** ont montré que l'application d'un traitement à la chaleur et aux ultrasons sous pression permet d'augmenter l'effet létale sur les micro-organismes dont le taux de destruction est de dix fois plus élevé comparé à la non-pression thermo-sonication (**Chemat, et al., 2011 ; Kentish et al., 2014**). Le tableau représente les effets de l'ultrason en combinaison avec la chaleur et la pression.

L'effet bactéricide des ultrasons est attribué à la cavitation et aux modifications induites dans la structure de la paroi cellulaire dues à l'action mécanique de la cavitation. L'ultrason augmente la sensibilité de la cellule à la chaleur, la structure des protéines et des enzymes deviennent sensibles la dénaturation (**Sala et al., 1995**).

Lillard (1993) a rapporté une réduction de 2,5 à 4 les germes de salmonelles par rapport au contrôle, lorsque la viande de volaille a été immergée dans l'eau chlorée en combinaison avec des ondes ultrason.

Tableau I: Effets des ultrasons en combinaison avec la chaleur et la pression (Chemmat et al., 2011).

l'inactivation par/de	Les cellules végétatives	les spores	Les enzymes
Ultrason seul	+	-	-
Les US et la chaleur	+	+	-
Les US, la chaleur et la pression	+	+	+

I.5.3.2. L'effet sur la formation de mousse

Quand les ondes ultrason se propagent à l'interface air-liquide, la formation de mousse devient possible (Zuniga et al., 2011), tandis que la diffusion des ultrasons dans l'interface liquide-liquide laisse la formation de microbulles dans les deux phases (Suslick et al., 1994).

Vilkhu et al. (2008) rapportent que l'encapsulation des composés volatils des arômes est possible par usage d'un transducteur ultrasonique puissant, directement fixe au-dessus d'une solution écumante avec une destruction de la mousse due essentiellement à la création d'un vide partiel à la surface des bulles de mousse (Riera et al., 2006 ; Kentish et al., 2014).

I.5.3.3. Le dégazage/l'évacuation de l'air

Le dégazage des solutions est possible par traitement aux ultrasons. L'agglomération des bulles dans un milieu dans lequel se propage des ondes ultrason est plus facile car, les bulles de gaz ont tendance à remonter en surface (Laborde et al., 1998 ; Tervo et al., 2006).

La décarbonatation avec des ultrasons est également applicable sur les boissons tel que la bière (defobbing) et le vin carbonatés (Boistier-marquis et al., 1999 ; Matsuura et al., 1994). L'efficacité de la décarbonatation est réduite par l'augmentation de la viscosité du milieu liquide soumis à des ondes acoustiques (Chemmat et al., 2011).

I.5.3.4. La Cuisson

La sonication est un moyen qui mène à une cuisson homogène de la nourriture due au transfert et la distribution de chaleur améliorés dans le milieu (**Hausgerate, 1978**). En outre, la réduction de la consommation d'énergie est l'un des avantages de cette technologie.

Pohlman, et al., (1997) et **McClements (1995)** ont rapporté que les viandes cuites avec des ultrasons sont d'une meilleure qualité.

I.5.3.5 La Congélation et la cristallisation

Un noyau est le point où la cristallisation commence. La cavitation agit comme agent de nucléation qui est à la base de la formation des cristaux. L'ultrason maintient un refroidissement plus rapide de part sa capacité à augmenter le transfert de chaleur. Les cristaux de glace formés sont de petite taille permettant ainsi de préserver la vitalité et les fonctionnalités des cellules congelés (**Li et al., 2002**).

I.5.3.6 L'Attendrissement de la viande

Les ultrasons sont généralement utilisés avec succès pour des applications sanitaires, afin d'augmenter l'effet bactéricide. L'application sanitaire a également un affect latéral sur l'attendrissement des viandes de volaille (**Pohlman, et al., 1997; Pagen et al., 1999**). L'attendrissement est produit par la libération des protéines myofibrillaires par l'intermédiaire de l'application d'ultrason. Les propriétés rhéologiques sont alors améliorées telles que la capacité d'adsorption d'eau, la tendresse et la cohésion (**McClements, 1995**).

I.5.3.7. Le saumurage et le marinage

Le saumurage et le marinage sont employés pour la conservation des aliments et l'amélioration de leurs caractéristiques organoleptiques. Généralement environ 10 % de saumure est employé comme barrière pour la croissance des bactéries. La sonication permet d'augmenter le transfert du sel et de l'eau dans les tissus ce qui aide ainsi à réduire le temps de marinage et une salaison uniforme (**Hatloe, 1995**).

I.5.3.8 Le séchage

Dans la littérature le séchage assisté d'ultrasons s'appelle le séchage acoustique dont l'utilisation industrielle et commerciale est potentiellement importante. Les ultrasons créent des canaux microscopiques dans le matériel, qui à leur tour permettent le transport facile de la vapeur du centre vers la surface de l'aliment.

Gallego-Juarez (1998) a noté que le transfert de chaleur est augmenté approximativement de 30 à 60 % dans les systèmes liquides. Traitement par ultrason permet l'application de basses températures que la méthodologie conventionnelle dans le processus de séchage. Des aliments sensibles à la chaleur peuvent être séchés avec des ultrasons afin d'éviter les changements de saveur, de couleur et de valeurs nutritives (**Mason, et al., 1996 ; Rahman, 1999**). Le traitement acoustique permet également une réduction des propriétés de réhydratation (**Chemat, et al., 2011**).

I.5.3.9. L'extraction

Les procédés d'extraction utilisant les ultrasons sont caractérisés par une bonne efficacité et un bon rendement d'extraction comparativement aux procédés conventionnels. Grâce à l'aide des ultrasons, le processus d'extraction peut être accompli dans quelques minutes au lieu de quelques heures avec une reproductibilité élevée. Les ondes ultrason augmentent également la pureté des substances cibles, tout en augmentant le contact des molécules visées avec le solvant d'extraction et la destruction des barrières cellulaires qui empêchent la dissolution de la molécule à extraire. Par exemple, l'application d'ultrason à une matrice végétale permet une augmentation du rendement d'extraction des flavonoïdes (**Chemat et al., 2011**).

Particulièrement en produits solides, l'aide d'ultrason permet d'améliorer les paramètres de la qualité d'extraction (**Molins, et al., 1997**).

I.5.3.10. L'homogénéisation/l'émulsification

La taille des Particules est l'un des paramètres importants pour le succès, la stabilité et l'homogénéité des émulsions (**Chendke et al., 1975**).

Dans certains cas, l'existence des microparticules évite le besoin de l'addition des agents tensio-actifs et rend les émulsions plus stables (**Behrend et al., 2001**). Les jus de fruit, ketchup de mayonnaise et de tomate (**Povey et al., 1998**), l'homogénéisation

du lait (Wu *et al.*, 2000), l'encapsulation des arômes (Mongenot, *et al.*, 2000) sont certaines des applications dans l'industrie alimentaire.

I.5.3.11. La coupure

Le couteau ultrasonique est une lame attachée par un axe à une source ultrasonique. L'ultrason améliore la représentation de la coupe des aliments ou le découpage en tranches. L'ultrason permet de minimiser les déchets et la consommation d'énergie (Schneider *et al.*, 2008 ; Schneider *et al.*, 2009).



Figure 3: Différentes formes des lames de coupe ultrasoniques. (Rawson, 1988).

I.5.3.12. Le nettoyage

Les dispositifs ultrason de nettoyage fonctionnent généralement entre 20-50 kilohertz. Le nettoyage ultrasonique consiste à mettre sous tension industrielle les équipements et le matériel à nettoyer. Le nettoyage extérieur s'applique à un large éventail de disciplines et d'applications (sondes, filtres, les substrats, réacteurs, catalyseurs et échangeurs de chaleur). Il est efficace sur les matériaux relativement durs tels que les métaux, le verre, la céramique, et les plastiques, qui reflètent plutôt qu'absorbent le bruit (Chemat *et al.*, 2011).

I.5.3.13. L'inactivation des enzymes

L'inactivation des enzymes est pour certains aliments indispensables pour atteindre une durée de conservation prolongée. Elle peut être facilement réalisée par un traitement à la chaleur. Dans certains cas, il peut être difficile d'inactiver des enzymes à cause de leurs résistances thermiques. En effet, une exposition prolongée à la chaleur et un barème de traitement trop élevé peut changer les propriétés de l'aliment traité. L'inactivation des enzymes

peut être plus efficace si l'application des ultrasons est combinée avec une autre méthode. La triple combinaison de la chaleur, de la sonication et de la pression a un effet synergique et permettent une inactivation des enzymes avec de faibles modifications des propriétés de l'aliment traité (**Earnshaw et al., 1995**).

Par exemple, la pectine méthylestérase des oranges est une enzyme résistante au traitement à la chaleur. Cependant, la combinaison de la chaleur, permettent d'inactiver efficacement cette enzyme (**Vercet et al., 1999**).

Partie

expérimentale

"Que ton aliment soit ta seule médecine"

Hippocrate, 460-370 av. J.-C.

II. Matériel et méthodes

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire de chimie de la faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre et de l'univers, université de Bordj Bou Arreridj.

II.1. L'extraction du jus et préparation des échantillons

Des Oranges (*Citrus sinensis*) récoltées ont été achetées du marché local des fruits de la ville de Bordj Bou Arreridj. L'extraction du jus a été réalisée à l'aide d'un extracteur manuel. Le jus a été immédiatement filtré afin d'éliminer la pulpe et les noyaux. Le jus ainsi obtenu a été réparti équitablement dans des flocons en verre puis traités par ultrason.

II.2 Le traitement par ultrasons

Un processeur à ultrasons de 1000 W, avec une sonde de 19 mm a été utilisé pour la sonication. Les échantillons ont été traités à une fréquence constante de 20 kHz. L'énergie à l'entrée a été contrôlée en réglant l'amplitude et le rapport entre le temps de jet d'ultrason et le temps de repos. L'amplitude utilisée et le temps du process ont été sélectionnés en se basant sur les travaux de **Tiwari et al. (2008)**, L'intensité ultrasonique appliquée est de 3538.5 w/cm^2 avec des temps de traitement de 15; 10; 7,5 et 3 min respectivement plus un échantillon contrôle servant de référence.

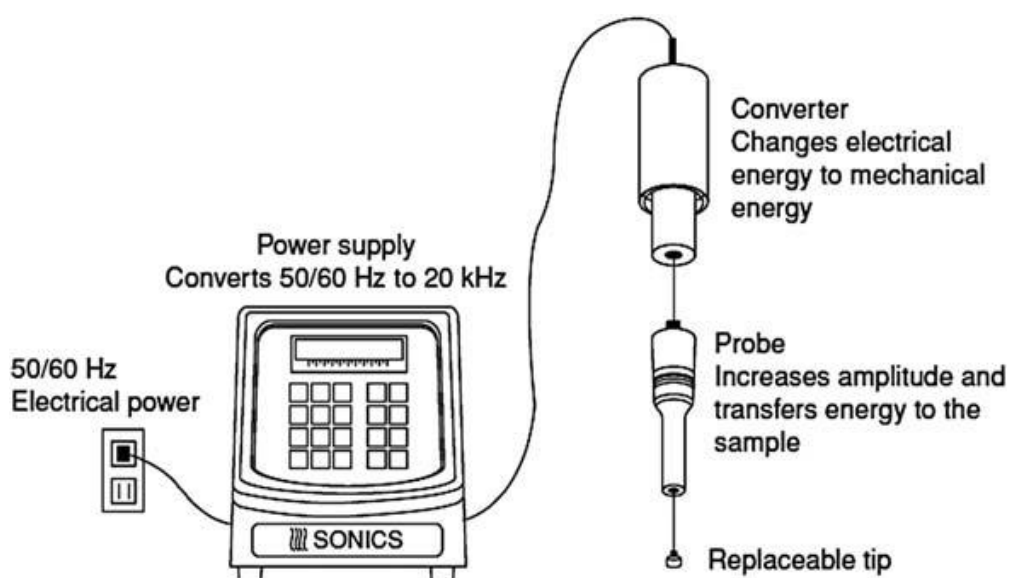


Figure 4: Schéma d'ultrason de type probe (Daniela, 2017).

II.2.1 L'estimation de l'intensité ultrasonique

L'intensité ultrasonique était déterminée en utilisant une méthode calorimétrique. Les échantillons de jus d'orange ont été soumis à des ondes ultrason avec un niveau d'amplitude particulier, avec une température enregistrée en fonction du temps dans des conditions adiabatiques. La courbe présentant la variation de température en fonction du temps dT/dt permettra de déterminer la puissance par ajustement de la courbe polynomiale. L'équation permettant de calculer la puissance ultrasonore P est la suivante:

$$P = m C_p (dT / dt)_{t=0}$$

Où (dT / dt) est le changement de température dans le temps ($^{\circ}C s^{-1}$)

C_p est la chaleur spécifique du jus d'orange ($3,73 kJ .kg^{-1} . ^{\circ}C^{-1}$) et m est la masse (kg).

L'intensité ultrasonique a été calculée en utilisant la formule suivante:

$$UI = \frac{4p}{\pi D^2}$$

UI : intensité ultrason w/cm^2

P : est la puissance (W)

D : est diamètre de la sonde (0.6 cm).

$$UI = \frac{4(1000)}{3.14 (0.6)^2}$$

$$UI=3538.570 w/cm^2$$

II.3 Analyses physicochimiques des jus

Le contrôle physico–chimique permet d'évaluer les modifications des caractéristiques organoleptiques des jus d'orange traité par usage d'ultrason, parmi ces analyses nous citons :

- Détermination du pH
- Détermination de l'acidité titrable
- Détermination du l'extrait sec ou degré Brix
- Détermination de l'indice de Cloud

➤ Détermination de l'indice de brunissement (BI)

II.3.1 Détermination du potentiel d'hydrogène pH (norme AFNOR, 1970)

Le pH des échantillons de jus traités et non traités a été mesuré en utilisant un pH-mètre digital (inoLab pH 730) préalablement calibré avec des solutions tampons commerciales à pH 7,0 et 4,0. La détermination du pH a été réalisée à une température de $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ en maintenant l'électrode immergée dans le jus agité avec un agitateur magnétique.

II.3.2 Détermination de l'acidité titrable du jus d'orange

Des échantillons de 20 ml ont été placés dans un bécher de 250 ml et 80 ml d'eau distillée ont été ajoutés. Cette solution était ensuite titrée avec une solution de NaOH 0,1 N normalisé. Au point de virage de la phénolphthaléine $\text{pH} = 8,2 \pm 0,1$, le volume de la solution de NaOH enregistrée est converti en gramme d'acide citrique pour 100ml de jus et l'acidité titrable a été calculé en utilisant la formule suivante:

$$\text{TA} = \frac{[V \times 0.1 \text{ N NaOH} \times 0.067 \times 100]}{m}$$

II.3.3 Détermination de l'extrait sec ou degré Brix

L'indice réfractométrique ou degré Brix est le pourcentage de matières sèches solubles contenues dans une solution. Il est utilisé pour estimer la teneur en sucre dans les sirops.

Son principe est basé sur la réfraction de la lumière. Les réfractomètres donnent par simple lecture, l'extrait sec du liquide sucré à 20°C . Le réfractomètre a été nettoyé avec de l'eau distillée après chaque détermination.

La détermination de l'indice réfractométrique (Brix) à l'aide du Réfractomètre se fait comme suit: on a Placé une goutte de l'échantillon sur la surface du prisme de 20°C avant de rabattre le deuxième prisme sur le premier en transformant ainsi la goutte du liquide en une couche de 1/10 mm d'épaisseur, et diriger le réfractomètre vers une source lumineuse et regarder dans l'oculaire, puis lire le résultat directement affiché sur la graduation de l'échelle du réfractomètre.

II.3.4 Détermination de l'indice de Cloud

Des échantillons de jus d'orange (5 ml) ont été centrifugés à l'aide d'une centrifugeuse de laboratoire (SIGMA 2-16PK) à 756g pendant 10 min à une température de 20° C. L'indice de Cloud correspond à l'absorbance du surnageant à une longueur d'onde de 660 nm en utilisant un spectrophotomètre Shimadzu UV-Vis, avec de l'eau distillée comme blanc.

II.3.5 Détermination de l'indice de brunissement (BI)

L'indice de brunissement a été mesuré en utilisant la méthode de **Meydav et al. (1977)**. Un échantillon de 10 ml de jus d'orange a été centrifugé (10 min, 756 g) (SIGMA 2-16PK) pour éliminer les particules grossières de l'échantillon. 5ml d'alcool éthylique (95%, Sigma-Aldrich, Dublin, Irlande) a été ajouté à 5 ml du surnageant de jus et la centrifugation a été répétée. L'absorbance du surnageant a été déterminée à une longueur d'onde de 420 nm en utilisant un spectrophotomètre.

II.4 Analyses microbiologiques

L'évaluation de la charge microbienne des jus d'oranges traités par ultrason et des jus non traités servant de contrôle par dénombrement des germes totaux sur milieu solide, nous permettra d'évaluer l'évolution de la charge microbienne en fonction du temps. Son principe est basé sur le dénombrement des germes totaux sur milieu nutritif solide (gélose nutritive).

La flore totale appelée aussi « flore aérobie mésophile revivifiable » est un bon indicateur de la qualité générale et de la stabilité des produits ainsi que la propreté des installations (**Baumgart, 1994**).

Les échantillons de jus ont été conservés dans des flacons en verre à une température de 4°C. Avant tout prélèvement, une homogénéisation est nécessaire afin d'avoir une répartition homogène de la microflore.

Toutes les manipulations ont été effectuées avec des précautions d'asepsie exigées en microbiologie. L'introduction éventuelle d'un contaminant ou la contamination de l'opérateur doivent ne jamais se produire. Les flacons contenant le jus à diluer est agité manuellement avec précaution pour éviter les projections pendant une dizaine de secondes. On prélève stérilement 1 ml de jus d'orange que l'on introduit dans un tube contenant 9 ml de l'eau physiologique. Le tube est agité par des mouvements de rotation ou au moyen d'un Vortex. On obtient ainsi une dilution au 1/10. Avec une nouvelle pipette de 1 ml

On prélève 1ml de cette dilution que l'on introduit dans un nouveau tube de diluant de 9 ml ; on obtient une dilution au 1/100 et ainsi de suite jusqu'au niveau de dilution recherché.

Le milieu de culture a été préparé comme suit:

- 28g de milieu de culture (Gélose Nutritive) ont été mélangées à 1L d'eau distillée.
- Homogénéisation puis dissolution totale par chauffage à travers une plaque chauffante munie d'un système d'agitation.

- Après refroidissement à 50-60°C, le milieu est distribué dans des flacons en vue d'être stérilisé par autoclavage à 120°C pendant 15-20 minutes.
- Les milieux sont ensuite laissés à refroidir jusqu'à 50°C dans l'autoclave.
- Enfin, le milieu de culture a été coulé sur boîte de pétri afin de pouvoir réaliser des ensemencements en surface.

III. Résultats et discussion

III. 1. Effet du traitement aux ultrasons sur les paramètres physico-chimique du jus

III.1.1 Effet sur le pH

Le potentiel d'hydrogène pH est un indicateur de la qualité du jus et sa variation indique une activité microbologique possible. Le pH du jus d'orange est de 3,22 indiquant que le milieu est acide (présence d'acide citrique caractéristique des agrumes). Toutes les doses d'irradiations utilisées dans la présente étude n'ont aucun effet sur les valeurs du pH. Le tableau II présente les valeurs du pH enregistrés des jus traités et non traités pendant une durée de conservation de 17 jours à compter de la date du traitement. Une légère variation du pH a été observée au cours de la réfrigération du jus d'orange qui peut être attribuée à une augmentation du nombre de germes de bactéries lactiques et la possibilité de formation de l'hydroxyle méthyle furfural.

Des résultats similaires ont été rapportés par **Tiwari et al. (2008)** qui n'ont observé aucune modification des valeurs du pH au cours du traitement des jus d'orange par ultrason, alors que **Khandpur et al. (2016)** ont signalé une diminution du pH au cours de la réfrigération d'un jus de carotte traité aux ultrasons.

Tableau II: Effet du traitement aux ultrasons sur le pH d'un jus d'orange.

UI=1000 W/cm ²					
Temps (jr)	pH				
	Contrôle	T1= 15 min	T2=10 min	T3=7,5 min	T4=3 min
1	3,22	3,22	3,21	3,21	3,26
2	3,33	3,34	3,35	3,38	3,42
3	3,49	3,4	3,5	3,44	3,42
4	3,6	3,59	3,57	3,54	3,57
7	3,26	3,36	3,35	3,54	3,4
11	3,59	3,54	3,55	3,54	3,59
14	3,47	3,41	3,41	3,54	3,42
15	3,42	3,38	3,53	3,54	3,5
16	3,65	3,59	3,61	3,54	3,56
17	3,55	3,53	3,5	3,54	3,5

III.1.2 Effet sur l'acidité titrable

L'évolution de l'acidité titrable des jus d'orange traités et non traités par ultrason est illustrée dans la figure 4. L'acidité titrable du jus non traité augmente avec l'augmentation du temps de stockage, due probablement à la fermentation des acides organiques induite par les microorganismes du jus. Il a été également observé que l'acidité titrable du jus non traité est supérieure à l'acidité des jus traités aux ultrasons durant la période de stockage. Il a été rapporté dans la littérature que le traitement des jus de fruits aux ultrasons a montré une stabilité de l'acidité titrable durant la première semaine de conservation (Chia *et al.*, 2012; Tiwari *et al.*, 2009).

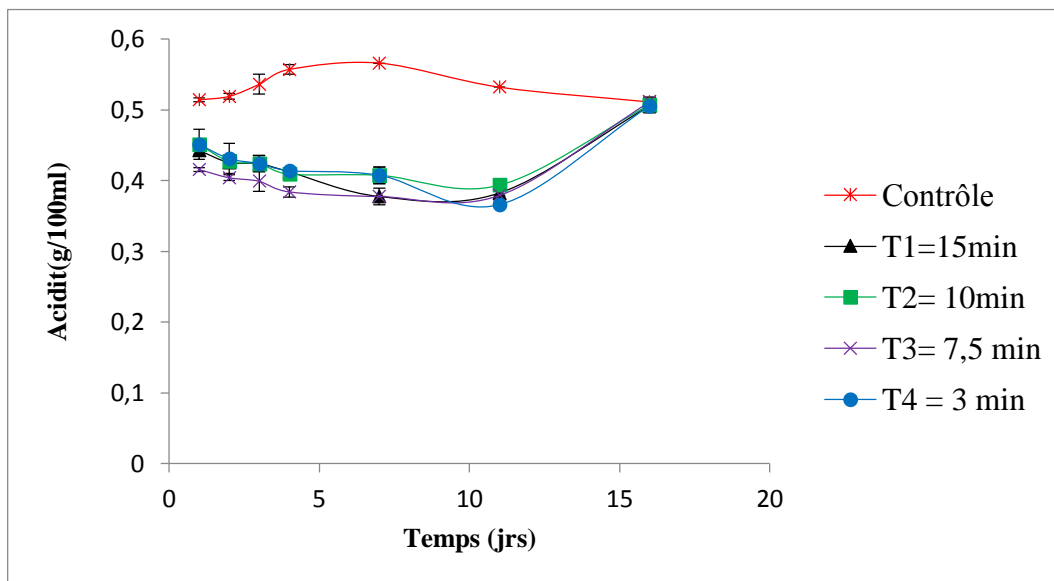


Figure 5: Evolution de l'acidité titrable durant la période de stockage à 4°C.

III.1.3. Effet sur le taux d'extrait sec

Les résultats obtenus sur l'évolution du TSS (°Brix) sont illustrés dans le tableau III, qui montre l'effet du temps de stockage sur l'évolution du TSS des jus traités et non traités aux ultrasons, il n'a été observé aucune évolution. Ces résultats sont en concordance avec ceux signalés par Tiwari *et al.* (2008), tandis que Khandpur *et al.* (2016) ont observé une diminution du TSS du jus non traité comparativement à celui traité par ultrasons où le TSS est resté inchangé durant les premiers jours de conservation.

Tableau III: Effet des ultrasons sur l'extrait sec ou °Brix.

UI=1000 W/cm ²					
Temps (jr)	L'extrait sec ou Brix %				
	Contrôle	T1= 15 min	T2=10 min	T3=7,5 min	T4=3 min
1	1,345	1,3415	1,3415	1,3405	1,343
2	1,3485	1,3465	1,345	1,347	1,347
3	1,35	1,347	1,346	1,345	1,345
4	1,347	1,343	1,343	1,342	1,344
7	1,35	1,342	1,343	1,342	1,343
11	1,348	1,342	1,3425	1,342	1,3425
14	1,3475	1,3465	1,3455	1,346	1,346

III.1.4. Effet des ultrasons sur l'indice de Cloud

L'indice de Cloud est un paramètre relié à la suspension des particules composée d'un mélange de protéines, de pectine, de lipides, d'hémicellulose, de cellulose et d'autres composantes mineures. Il a été rapporté que l'estérification de la pectine induit une diminution de l'indice de Cloud des jus d'agrumes (<36%). L'évolution de l'indice de Cloud durant la période de stockage des jus traités et non traités aux ultrasons est illustrée sur la figure 5.

L'analyse de cette figure, nous a permis de constater que les ultrasons n'ont aucun effet sur l'indice de Cloud au cours du stockage. L'évolution de l'indice de Cloud était similaire pour les jus traités et non traités. Contrairement aux résultats obtenus, **Tiwari et al. (2008)** ont signalé une augmentation de l'indice de Cloud au cours du traitement d'un jus d'orange par ultrason, mais pas au cours de la période de stockage. Ces résultats contradictoires, nous ont laissé penser que les ultrasons induisent une solubilisation des composantes de l'indice de Cloud, ce qui explique son augmentation au cours du traitement, tandis que l'évolution de l'indice de Cloud au cours du stockage des échantillons de jus de la présente étude, est due probablement au non dénaturation complète des enzymes essentiellement la PME (Pectine méthyle estérase).

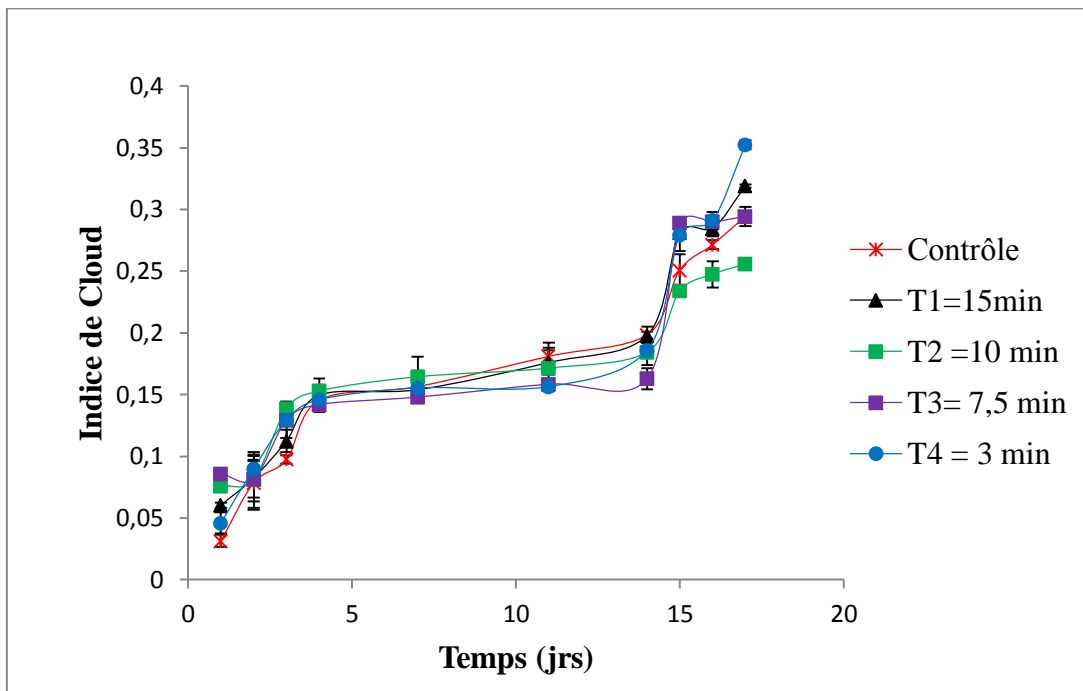


Figure 6: Effet des ultrasons sur l'indice de Cloud

III.1.5. Effet sur l'indice de Brunissement (BI)

L'indice de brunissement (BI) est l'un des paramètres indiquant le brunissement non enzymatique du jus d'orange. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.

L'indice de brunissement a considérablement augmenté au cours de stockage, cette augmentation était rapide pour le jus non traité, alors que pour les jus traités aux ultrasons l'augmentation du BI était lente surtout durant les trois premiers jours. Des résultats similaires ont été signalés par **Ugarte-Roméro et al. (2006)** pour des cidres de pommes traités aux ultrasons.

Tableau IV: Effet des ultrasons sur l'indice de brunissement (BI).

UI=1000 W/cm ²					
Temps (jr)	L'indice de brunissement				
	Contrôle	T1= 15 min	T2=10 min	T3=7,5 min	T4=3 min
1	0,1625	0,126	0,18	0,164	0,18
2	0,223	0,158	0,183	0,174	0,182
3	0,225	0,182	0,187	0,167	0,197
4	0,25	0,256	0,201	0,224	0,223
5	0,252	0,263	0,22	0,254	0,263

III.2 Effet des ultrasons sur la qualité microbiologique

L'évolution de la charge microbienne des jus traités et non traités a été suivie pendant la période de stockage, afin d'évaluer l'effet de ce type de traitement sur la qualité microbiologique des jus au cours du stockage. Le tableau V présente les résultats obtenus du dénombrement de micro-organismes (FTAM) sur gélose nutritive.

Pour les jus non traités, la charge microbienne initiale était relativement élevée (approximativement 58 millions UFC/ml), ces microorganismes sont naturellement présent dans le jus obtenu à partir de fruits fraîchement récoltés. L'utilisation des ultrasons a réduit considérablement la charge microbienne initiale ($<20.10^6$ UFC/ml).

Tableau V: Effet des ultrasons sur l'évolution de charge microbienne

UI=1000 W/cm2					
Temps (jours)	Nombre de colonies (UFC/ml)				
	contrôle	T1= 15 min	T2 =10 min	T3 = 7,5 min	T4 = 3min
1	58.10 ⁶	<20.10 ⁶	<20.10 ⁶	<20.10 ⁶	41.10 ⁶
2	248.10 ⁶	<20.10 ⁶	60.10 ⁶	131.10 ⁶	167.10 ⁶
3	>300.10 ⁶	20.10 ⁶	82.10 ⁶	188.10 ⁶	210.10 ⁶
4	>300.10 ⁶	22.10 ⁶	90.10 ⁶	198.10 ⁶	255.10 ⁶
7	>300.10 ⁶	>300.10 ⁶	>300.10 ⁶	>300.10 ⁶	>300.10 ⁶

On remarque également qu'il y a une augmentation rapide de la charge microbienne pour le contrôle où il atteint une charge indénombrable à partir le troisième jour de stockage. Contrairement, les échantillons traités aux ultrasons, la charge microbienne devient indénombrable à partir du septième jour qui suit le traitement.

Conclusion

Conclusion

L'ultrason a été identifié comme technologie potentielle à répondre à l'exigence de consommateur qui cherche toujours une alimentation fraîche.

L'effet de la sonication sur les paramètres sélectifs de la qualité des jus d'orange fraîchement récoltés a été étudié. Les résultats obtenus ont montré que les ultrasons n'ont aucun effet sur le pH, l'indice de Cloud et le taux de la matière solide soluble (TSS) exprimé en degré Brix. En effet, des changements de l'acidité titrable, de l'indice de brunissement (BI) et de la qualité microbiologique ont été observés. Le traitement aux ultrasons permet donc une amélioration de quelques paramètres d'appréciation de la qualité des jus d'orange au cours du stockage et par conséquent, une amélioration de la durée de conservation des jus sans faire recours aux conservateurs chimiques.

Autre études sont nécessaires pour vérifier les impacts potentiels d'ultrason sur la qualité de produit, acceptation chez le consommateur, et consommation d'énergie nutritionnelle, pour optimiser le processus.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

A

Abismar I B., J. P. Canselier, Wilhelm A. M., Delmas H., & Gourdon C., 1999: Emulsification by ultrasound: drop size distribution and stability, *Ultrason. Sonochem* **6**(1–2), 75–83.

B

Baumgart W., 1994: La biosécurité au laboratoire de microbiologie, *Manual of Clinical Microbiology*.

Behrend O., & Schubert H., 2001: Influence of hydrostatic pressure and gas content on continuous ultrasound emulsification, *Ultrason. Sonochem* **8**: 271–276.

Boistier-Marquis E., Lagsir-Oulahal N., & Callard M., 1999: Applications des ultrasons de puissances en industries alimentaires, *Ind. Aliment. Agric* **116**: 23–31.

Bremner D., 1990: Advances in Sonochemistry, ed. T. J. Mason, JAI Press, London, Vol **1**, pp. 1–37.

C

Chand P., 2008: Enhancing biodiesel production from soybean oil using ultrasonics. *Iowa State University, Ames, Iowa*.

Chemat, F., Huma, Z., & Khan M. K., 2011: Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry* **18**(4): 813–835.

Chendke P. K., & Fogler H. S., 1975: Macrosonics in industry: 4. *Chemical processing*, *Ultrasonics* **13**:31–37.

Chia S. I., Rosnah S., Noranizan M. A., & Wan Ramli W. D., 2012: The effect storage on the quality attributes of ultraviolet-irradiated and thermally pasteurized pineapple juice, *Int. Food Res. J* **19** 1001-1010.

D

Daniela B-A., 2017: Ultrasound: Advances in Food Processing and Preservation. *Typeset by TNQ Books and Journals* 204.

E

Earnshaw R. G., Appleyard J., & Hurst R. M., 1995: Understanding physical inactivation processes: combined preservation opportunities using heat, ultrasound and pressure, *Int. J. Food Microbiol* **28**:197–219. And *Ultrasonics* **22**(2): 60-71.

F

Fang X., Mark G., & von Sonntag C., 1996: OH radical formation by ultrasound in aqueous solutions part I: the chemistry underlying the terephthalate dosimeter, *Ultrason. Sonochem* **3** 57–63.

Flint E. B., & Suslich K. S., 1991: The temperature of cavitation. *Science* **253**, 1397-1399.

G

Gallego-Juarez J. A., 1998: Some applications of air-borne power ultrasound to food processing, in: M.J.W. Povey, T.J. Mason (Eds.), *Ultrasound in Food Processing*, Blackie, Glasgow pp 127–143.

Gomez P. L., Welti-Chanes J., & Alzamora, S. M., 2011: Hurdle technology in fruit processing. *Annual review of food science and technology* 2:447-465.

Grewell D. A, Benatar A. & Park. J. B., 2003: *Plastics and Composites Welding Handbook*, Hanser Gardner Publications New York.

H

Hatloe J., 1995: Methods for pickling and/or marinating non-vegetable foodstuff raw material. *Int. Pat. WO*, 9518537.

Hausgerate B. S., 1978: Process and device for treating foods using ultrasonic frequency energy, *Ger. Pat., DE* 2950-384.

K

Kappe C. O., & Angew., (2004): Chem., *Int. Ed* 43, 6250 and references therein.

Kentish S., & Feng H., 2014: Applications of Power Ultrasound in Food Processing. *Annu. Rev. Food Sci. Technol* 5:263–284.

Khandpur P., & Gogate P. R., 2016: Evaluation of ultrasound based sterilization approaches in terms of shelf life and quality parameters of fruit and vegetable juices, *Ultrason. Sonochem* 29 337–353.

L

Laborde J. L., Bouyer C., Caltagirone J. P., & Gerard A., 1998: Acoustic bubble cavitation at low frequencies, *Ultrasonics* 36:589–594.

Leighton T. G., 1994: *the Acoustic Bubble*, Academic Press, New York.

Lepoint T. & Lepoint-Mullie F., 1998: *Synthetic Organic Sonochemistry*, ed. J.-L. Luche, Plenum Press, New York pp. 1–49.

Li B., & Sun, D. W., 2002: Effect of power ultrasound on freezing rate during immersion freezing of potatoes, *J. Food Eng* 55:277–282.

Lillard H. S., 1993: Bactericidal effect of chlorine on attached salmonellae with and without sonification. *J. Food Protect* 56(8):716-717.

Luche J. L., 1998: *Synthetic Organic Sonochemistry*, ed., Plenum Press, New York. *Advances in Sonochemistry*, ed. T. J. Mason, JAI Press, London and Greenwich, CT.

M

Mason T. J., & Lorimer P., 2002: *Applied Sonochemistry*, Wiley-VCH, Weinheim.

Mason T. J., 1991: *Practical Sonochemistry. User's Guide to Applications in Chemistry and Chemical Engineering*, Ellis Horwood, Chichester, pp. 17–51.

Mason T. J., 1999: Laboratory equipment and usage considerations. In: Crum, L. A., Mason, T. J., Reisse, J. L., and Suslick, K. S. (eds.), *Sonochemistry and sonoluminescence* pp 245–258.

Mason T. J., 2001: The most comprehensive treatment of sonochemistry and its applications is the serie

Mason T. J., 2003: Sonochemistry and sonoprocessing: the link, the trends and (probably) the future. *Ultrasonics Sonochemistry* **10**(4–5), 175–179.

Mason T. J., 2007: Drevelopments in ultrasound – non-medical, *Prog. Biophys. Mol. Biol* **93**(1–3), 166–175.

Mason T. J., Paniwnyk L., & Lorimer J.P., 1996: The uses of ultrasound in food technology. *Ultrasonics sonochemistry*, **3**(3):253-260.

Mason T., & Lorimer J., 2002: Applied Sonochemistry: *Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*. Wiley-VCH, p-293.

Matsuura K., Hirotsune M., Nunokawa Y., Satoh M., & Honda K., 1994: Acceleration of cell growth and ester formation by ultrasonic wave irradiation, *J. Ferment. Bioeng* **77**:36–40.

McClements D. J., 1995: Advances in the application of ultrasound in food analysis and processing, *Trend Food Sci. Technol.*, **6**:293–299.

Meram Konya & Turkey., 2016: Green Chemistry & Technology Letters. Vol **2**, No **3**, June 2016, pg 121-126.

Molins C., Hogendoorn E. A., Heusinkveld, H. A. G., Van Z. P., & Baumann R. A., 1997: Microwave assisted solvent extraction (MASE) of organochlorine pesticides from soil samples, *Int. J. Environ. Anal. Chem* **68**:155–169.

Mongenot N., Charrier S., & Chalier P., 2000: Effect of ultrasound emulsification on cheese aroma encapsulation.

P

Pagan R., Manas P., Alvarez I., & Condon S., 1999: Resistance of *Listeria monocytogenes* to ultrasonic waves under pressure at sublethal (manosonication) and lethal (manothermosonication) temperatures, *Food Microbiol* **16**:139–148.

Petrier C., Jeunet Luche J. L., & Reverdy. G., 1992: *J. Am. Chem. Soc* **114**, 3148.

Piyasena P., Mohareb E., & McKellar R. C., 2003: Inactivation of microbes using ultrasound: a review, *International Journal of Food Microbiology* **87**:207–216.

Pohlman F. W., Dikeman M. E., & Zayas J.F., 1997: The effect of low intensity ultrasound treatment on shear properties, color stability and shelf-life of vacuum packaged beef semitendinosus and biceps femoris muscles, *Meat Sci.* **45**:329–337.

Povey M. J. W., & Mason, T. J., 1998: Ultrasound in Food Processing, *Springer Science & Business Media, Berlin*.

R

Rahman M. S., 1999: Light and sound in food preservation. In: M.S. Rahman (ed.) *Handbook of Food Preservation*. Marcel Dekker, New York, pp 669–686.

Rawson F., F: An introduction to ultrasonic food cutting, in *Ultrasound in Food Processing*, ed. M. J. W.

Riera E., Gallego-Juarez J. A., & Mason T. J., 2006: Airborne ultrasound for the precipitation of smokes and powders and the destruction of foams. *Ultrason. Sonochem* **13**:107–116.

S

Sala F. J., Burgos J., Condon P., Lopez P., & Raso J., 1995: Effect of heat and ultrasound on microorganisms and enzymes, in: G. W Gould (Ed.), *New Methods in Food Preservation*, Blackies.

Schneider Y., Zahn S., & Rohm H., 2008: Power requirements of the high frequency generator in ultrasonic cutting of foods, *J. Food Eng.* **86**:61–67.

Schneider Y. Zahn S., Schindler C., & Rohm H., 2009: Ultrasonic excitation affects friction interactions between food materials and cutting tools, *Ultrasonics* **49**:588–593.

Shifeng Cao., Zhichao., Hu, Bin., Pang Haiou., Wang Huanxiong., Xie Feng., & Wu., 2010: Effect of ultrasound treatment on fruit decay and quality maintenance in strawberry after harvest. *Food Control* **21**, 529-532.

Suslick K. S., 1988: Homogenous sonochemistry, in: K.S. Suslick (Ed.), *Chapter in Ultrasound: Its Chemical, Physical and Biological Effects*, VCH publishers, New York.

Suslick K. S., Grinstaff M. W., Kolbeck K. J., & Wong M., 1994: Characterization of sonochemically prepared proteinaceous microspheres. *Ultrason. Sonochem.* **1**:65–68.

T

Tervo J. T., Mettin R., & Lauterborn, W., 2006: Bubble cluster dynamics in acoustic cavitation, *Acta Acust. Acust* **92**:178–180.

Timothy J. Mason., Larysa Paniwnyk, Farid Chemat & Maryline Abert Vian. 2010: Ultrasonic Food Processing. Sonochemistry Centre, Faculty of Health and Life Sciences, Coventry University, Coventry CV1 5FB, UK; UMR 408, Sécurité d'Avignon et de pays du Vaucluse, 84000 Avignon, France.

Tiwari B. K., Muthukumarappan K., O'donnell C. P., & Cullen P. J., 2008: Effects of Sonication on the Kinetics of Orange Juice, *Quality Parameters Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Agric. Food Chem **56**, 2423–2428 2423.

U

Ugarte-Romero E., Feng H., Martin S.E, Cadwallader K.R., & Robinson S.J., 2006: Inactivation of *Escherichia coli* with power ultrasound in apple cider, *J. Food Sci* **71** 102–108.

V

Vercet A., Lopez P., & Burgos J., 1999: Inactivation of heat resistant pectinmethylesterase from orange by manothermosonication, *J. Agric. Food Chem* **47**:432–437.

Vilkhu K., Mawson R., Simons L., & Bates D., 2008: Applications and opportunities for ultrasound assisted extraction in the food industry a review. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol* **9**:161–169.

W

Wu H., Hulbert G.J., & Mount J. R., 2000: Effects of ultrasound on milk homogenization and fermentation with yogurt starter, *Innov. Food Sci. Emerg. Technol* **1**:211–218.

Z

Zang Z., 2004: Deactivate pectinmethylesterase in orange juice by power ultrasound. *Abstract 49H-4, Presented at the IFT Annual Meeting, Las Vegas, NV.*

Zuniga R. N., Kulozik, U., & Aguilera J. M., 2011: Ultrasonic generation of aerated gelatin gels stabilized by whey protein betalactoglobulin. *Food Hydrocoll* **25**:958–967.

Normes réglementaires

- **AFNOR (Association Française de Normalisation). (1970).** *Détermination du pH.*
- **Directive 2001/112/CE** du Conseil Européen du 20 décembre 2001 relative aux jus de fruits et à certains produits similaires destinés à l'alimentation humaine.
- **Règlement (CE) 178/2002** du Parlement Européen et du Conseil Européen du 28 janvier 2002, établissant les principes généraux et les prescriptions générales de la législation alimentaire, instituant l'Autorité Européenne de Sécurité des aliments et énonçant des exigences relatives à la sécurité des alimentaires.
- **Règlement (CE) n° 852/2004** du Parlement Européen et du Conseil Européen du 29 avril 2004 relatif à l'hygiène des denrées alimentaires.
- **Loi algérienne n° 09-03 du 29 Safar 1430** correspondant au 25 février 2009 relative à la protection du consommateur et à la répression des fraudes.

Résumé

L'effet de la sonication sur le pH, °Brix, l'acidité titrable, l'indice de Cloud, l'indice de brunissement et la charge microbienne ont été étudié au cours du stockage d'un jus d'orange fraîchement extrait. Une intensité ultrasonique de 3538.5 w/cm² et des temps de traitement de 0 (contrôle); 15; 10; 7,5; et 3 min ont été testés. Les résultats ont montré que les ultrasons n'ont aucun effet sur pH, l'indice de Cloud et le taux de la matière solide soluble (TSS) exprimé en degré Brix, tandis que l'acidité titrable, l'indice de brunissement (BI) et la qualité microbiologique ont été améliorés.

Mots clés: Ultrasons, jus d'orange, Qualité, Paramètres sélectifs.

ملخص

تأثير الموجات فوق الصوتية على الأس الهيدروجيني، مؤشر بريكس، مؤشر الحموضة المعايرة، مؤشر كلود، مؤشر الاسمرار الإنزيمي والحمولة الميكروبية أثناء تخزين عصير البرتقال الطازج. تم اختبار شدة الموجات فوق الصوتية من 3538.5 واط/سم² وأوقات العلاج من 0 (الشاهد)، 15، 10، 7.5 و 3 دقائق. أظهرت النتائج أن الموجات فوق الصوتية ليس لها أي تأثير على الرقم الهيدروجيني، ومؤشر كلود والمواد الصلبة الذائبة المعبر عنها في بريكس، بينما تم تحسين الحموضة المعايرة ومؤشر الاسمرار الإنزيمي والجودة الميكروبيولوجية.

الكلمات الرئيسية: الموجات فوق الصوتية وعصير البرتقال والجودة والاعدادات الانتقائية.

Abstract

The effect of sonication on pH, °Brix, titratable acidity (TA), cloud index, browning index and microbial load during storage of freshly extracted orange juice. An ultrasonic intensity of 3538.5 w / cm² and treatment times of 0 (control); 15; 10; 7,5 and 3 min were tested. The results showed that the US has no effect on pH, cloud index and soluble solids content (TSS) expressed in Brix, while titratable acidity, browning index (BI) and microbiological quality have been improved.

Keywords: Ultrasound, orange juice, Quality, Selective Parameters.