



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE BATNA 1 - HADJ LAKHDAR
INSTITUT DES SCIENCES VETERINAIRES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES
DEPARTEMENT DE TECHNOLOGIE ALIMENTAIRE
LABORATOIRE SCIENCES DES ALIMENTS



THESE

Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : Technologie Alimentaire

Option : Qualité et Sécurité Alimentaires

Présentée par
BOUDRAA Soussene

Intitulé du sujet :

Influence des techniques de séchage et d'extraction sur les propriétés antioxydantes et fonctionnelles des fruits de :
Crataegus azarolus L.* et *Elaeagnus angustifolia L.

Jury:

Président	: ABDESSEMED Dalila.	MCA	Université BATNA 1
Rapporteur	: FAHLOUL Djamel.	PROFESSEUR	Université BATNA 1
Examineurs	: HAMBABA Leila.	PROFESSEUR	Université BATNA 2
	LAROUÏ Salah.	PROFESSEUR	Université BATNA 2
	MEZIANE Smail.	PROFESSEUR	Université TIZI OUZOU
	MESMOUDI Kamel.	MCA	Université BATNA 1

ANNÉE UNIVERSITAIRE: 2018-2019

Remerciements

Ce travail de thèse n'aurait pas pu être possible sans le soutien mon directeur de thèse Pr. Fahloul Djamel à qui je voue un profond respect. Je suis consciente de la chance que j'ai eu d'avoir pu travailler à vos côtés. Votre investissement, votre pédagogie et votre patience m'ont permis de mener dans les meilleures conditions ce travail de thèse. Je vous remercie infiniment pour la confiance que vous m'avez accordée.

Je remercie Pr. Elothmani Driss Co-encadreur - Enseignant-Chercheur - ESA - Angers, qui a cru en moi et pour m'avoir encouragée tout au long de ces années de thèse. Il a stimulé la discussion scientifique et il m'a accompagné dans la synthèse des résultats et dans la rédaction du document.

Je tenais également à remercier tous les membres de mon comité de thèse : Madame Abdessemed Dalila., Maître de conférence à l'Université de Batna1; Madame Hambaba Leila., Professeur à l'Université de Batna 2; Monsieur Larroui Salah., Professeur à l'Université de Batna 2; Monsieur Meziane Smail ., Professeur à l'Université de Tizi ousou et Monsieur Mesmoudi Kamel., Maître de conférence à l'Université de Batna 1, qui par leurs avis et suggestions ont permis d'améliorer l'orientation et la qualité de mes recherches.

Je remercie également Pr. Chemat Farid -Université d'Avignon et des Pays du Vaucluse-, qui a toujours su manifester son grand intérêt pour ce travail. Son soutien moral et ses encouragements ont été pour moi d'une grande importance dans le développement de cette recherche. Grâce à ses qualités scientifiques, il m'a donné l'envie d'aller plus loin et de connaître la richesse du métier d'Enseignant chercheur.

Je remercie vivement mes dames : Pr. Zitouni Bariza et MCA .Dridi Saloua : de l'université Batna 1, Département de Technologie Alimentaire, pour leurs précieuses aides.

Merci également à l'ensemble des membres du laboratoire GRAPPE de l'École Supérieure d'Agriculture d'Angers France, ce laboratoire dynamique et chaleureux qui m'a accueilli comme une famille. Je n'oublierai pas les superbes rencontres que j'y ai faits. Plus précisément je tiens à remercier Dominique Lmeurley, Véronique Forgerit et Corine Patron qui ont pu m'assister dans les différentes analyses.

Bien plus que des collègues j'ai la chance d'avoir rencontré de véritables amies de cœur Zidani Sara , Saadoudi mouna et Doumouya Stephanie, je n'oublierai pas votre amitié précieuse et vous souhaite une très belle fin de thèse.

Je tiens à remercier mes parents, mes sœurs et mes frères qui me donnent sans relâche la force pour aller de l'avant. Mes sincères remerciements à toutes les personnes, ami(e)s, collègues, qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de mon travail.

Production scientifique

Chapitres d'ouvrage

Boudraa S., Zidani S. et Fahloul D., 2012. Composition minérale et vitaminique du fruit de jujube Algérien « *Zizyphus lotus Lam* » in : *Les plantes du Sahel Usages et enjeux*. CNRS Éditions. France, 424p.

Ouvrage

Boudraa S., 2015. Étude de la fraction minérale et vitaminique des fruits de : *Celtis australis L.*, *Crataegus azarolus L.*, *Crataegus monogyna J.*, *Elaeagnus angustifolia L.*, *Zizyphus lotus L.* Editions Universitaires Europeennes .France, 148 p.

Zidani S., Boudraa S. et Fahloul D., 2016. Influence des techniques de séchage sur la solubilité des protéines: De la levure *Saccharomyces cerevisiae* produite dans un milieu A base de date. Editions Universitaires Europeennes .France, 152 p.

Articles dans des revues internationales

Fahloul D., Benmadi F . et Boudraa S., 2009, Estimation de la diffusivité massique et cinétique de séchage sous vide de la pomme de terre (variété *Spunta*), *Revue des Energies Renouvelables*, 12(4):655-665.

Boudraa S., Hambaba L. et Zidani S, Boudraa H., 2010, Composition minérale et vitaminique des fruits de cinq espèces sous exploitées en Algérie : *Celtis australis L.*, *Crataegus azarolus L.*, *Crataegus monogyna Jacq.*, *Elaeagnus angustifolia L.* et *Zizyphus lotus L.* 2010. *Fruits*, 65 :75-84.

Boudraa S., Fahloul D., Zidani S. et Saadoudi M., 2017. Effects of Different Drying Methods on Phenols Contents and Antioxidant Activity of Azaroles (*Crataegus azarolus L.*), *Annals. Food Science and Technology*, 18(1) :11-19.

Zidani S., Alloui-Lombarkia O, Boudraa S. et Saadoudi M., 2017. Effect of Dehydration by microwave on the functional properties of the cultivated apple in Algeria, *Annals. Food Science and Technology*, 3(18) : 424-432 .

Saadoudi M ., Hambaba L., Abdeddaim M., Lekbir A., Bacha A., Boudraa S et, Sara Zidani., 2017. Nutritional composition physical properties and sensory evaluation of biscuit produced from jujubes nutritive (Fruits of *Zizyphus lotus L.*). *Annals. Food Science and Technology*, 3(18) :395-401.

Communications

Boudraa S., Zidani S., Fahloul D. Composition minérale et vitaminique du fruit de jujube Algérien « *Zizyphus lotus Lam* », *Colloque Internationale et Interdisciplinaire*

sur les Plantes Alimentaires, Médicinales et Cosmétiques en zone sahélienne (les plantes qui nourrissent, qui soignent et qui embellissent) Du 20 au 22 Octobre 2010 à Dakar UCAD ,Salle de Conférence Université Cheikh Anta DIOP, Dakar/ Sénégal **(Communication orale)**.

Boudraa S.,Zidani S.,Fahloul D. Effects of different drying processes (for microwave and for freeze -dried)on the mineral and vitamin content of the fruit (*Crataegus azarolus* L). *WASET*, du 28 au 29 November 2012 à Paris World Academy of Science, Engineering and Technologie, **(Poster)**.

Zidani S.,Fahloul D,Boudraa S., Alloui-Lombarkia O.,Baira F., Influence techniques of drying on the solubility of proteins of the yeast *Saccharomyces cerevisiae* produced in a medium containing dates ,*WASET* ,du 28 au 29 November 2012 à Paris World Academy of Science, Engineering and Technology ,France **(Poster)**.

Boudraa S., Fahloul D., Zidani S.,Saadoudi M.et Mihoubi A. ,Effects of Different Drying Methods on Phenols Contents and Antioxidant Activity of Azaroles (*Crataegus azarolus* L.),1 ère Journée Nationale sur la Nutrition et la Sécurité Alimentaire 2017,Batna, Algérie **(Poster)**.

Zidani S., Alloui O,Boudraa S. et Saadoudi M. ,Effect of Dehydration by microwave on the functional properties of the cultivated apple in Algeria, 1 ère Journée Nationale sur la Nutrition et la Sécurité Alimentaire 2017,Batna, Algérie **(Poster)**.

Mihoubi A., Alloui-Lombarkia O.,Zitouni B .,et , Boudraa S. , La consommation des repas de fast-foods et leur effet sur la santé du consommateur dans la ville de Batna. , 1 ère Journée Nationale sur la Nutrition et la Sécurité Alimentaire 2017,Batna, Algérie **(Communication orale)**.

Table des matières

Remerciement	
Production scientifique	
Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction	

Partie théorique

Chapitre I

Données sur l'azérolier « *Crataegus azarolus* L.»

1. Généralités	01
1.1. Introduction	01
1.2. Étymologie.....	01
1.3. Historique et origine	01
1.4. Classification botanique	03
1.5. Description de l'espèce	03
1.6. Espèces appartenant au même genre	03
1.7. Exigence de l'espèce	03
1.8. Habitat et Répartition de <i>Crataegus azarolus</i> L.	03
2. Composition biochimique du fruit <i>Crataegus azarolus</i> L.	04
3. Différentes utilisations de l'azérolier	06
4. Marché de <i>Crataegus azarolus</i> L.	07

Chapitre II

Données sur l'olivier de Bohême « *Elaeagnus angustifolia* L. »

1. Généralités	08
1.1. Origine et historique	08
1.2. Étymologie.....	09
1.3. Synonymes.....	09
1.4. Systématique botanique.....	09
1.5. Description et caractéristique de l'olivier de Bohême.....	10
1.6. Exigences.....	11
1.7. Répartition de l'olivier de Bohême.....	11
2. Composition biochimique de la partie comestible des fruits <i>Elaeagnus angustifolia</i>	12
3. Différentes utilisations d'olivier de Bohême.....	14

Chapitre III

Données sur les antioxydants

1. Généralités.....	15
1.1. Introduction.....	15
2. Radicaux libres.....	15
3. Types des antioxydants.....	16
3.1. Antioxydants naturels.....	16
3.2. Composés phénoliques	16
3.3. Vitamines	21
4. Effets des composés phénoliques sur la santé humaine	22
5. Effet des méthodes de traitement et d'extraction sur les composés phénoliques	23

Chapitre IV

Séchage et l'extraction

1. Définition, principe et objectif du séchage.....	24
2. Cinétiques de séchage.....	25
3. Méthodes de séchage.....	27
3.1. Lyophilisation.....	27
3.1.1. Principe physique	27
3.1.2. Diagramme de changement de phase de l'eau pure	28
3.1.3. Cycle de lyophilisation	29
3.1.4. Avantages et les inconvénients de la lyophilisation	29
3.1.5. Domaines d'application	29
3.2. Séchage par <i>micro-ondes</i>	30
3.2.1. Classification des micro-ondes	30
3.2.2. Technologie du four à micro-ondes	31
3.2.3. Interaction entre les micro-ondes et la matière	32
3.2.4. Avantages et les inconvénients des micro-ondes	39
3.2.5. Application du micro- onde dans l'industrie agro- alimentaire	34
4. Impact économique.....	36
5. Facteurs de l'Extraction des composés phénoliques.....	37
5.1. Extraction par un chauffage à reflux.....	38
5.2. Extraction par des micro-ondes.....	39

Chapitre V

Propriétés fonctionnelles

1. Propriétés fonctionnelles.....	43
1.1. Introduction	43
1.2. Définition.....	43
1.3. Nature des liaisons et forces mises en jeu dans les propriétés fonctionnelles.....	44
1.4. Classification des propriétés fonctionnelles.....	45
1.4.1. Propriété d'hydratation.....	45
1.4.2. Propriétés de structuration	48
1.4.3. Propriétés de surface.....	50
2. Interrelation entre propriétés fonctionnelle et propriétés sensorielles.....	51
3. Méthodologie de la propriété fonctionnelle	52
4. Quelques applications alimentaires des propriétés fonctionnelles	53

Partie expérimentale

Chapitre I

Material et méthodes

1. Matériel végétal.....	55
1.1. Préparation des échantillons	55
1.2. Détermination des différents rapports.....	56
2. Méthodes d'analyses	56
2.1. Détermination de la teneur en eau	56
3. Partie procédés	57
3.1. Séchage.....	57
3.1.1. Séchage par micro-ondes à différentes puissances.....	57
3.1.1.1. Cinétique de séchage.....	57

3.1.2. Séchage par lyophilisateur	58
3.3. Procédure expérimentale d'extraction.....	59
3.3.1. Chauffage à reflux.....	59
3.2.2. Protocole d'extraction par micro-onde.....	60
4.Méthodes analytiques.....	61
4.1. Identification et quantification des composés phénoliques avant et après séchage ...	61
5. Dosage des antioxydants	64
5.1. Extraction des polyphénols.....	64
5.2. Dosage des polyphénols totaux.....	65
5.3. Dosage des flavonoïdes	66
5.4. Dosage des flavan-3-ols ou test au DMACA.....	67
5.5. Dosage des anthocyanes monomères totaux : méthode des pH différentiels.....	68
5.6. Dosage de proanthocyanidines (<i>tannins condensés</i>)	68
5.6. Acide ascorbique.....	69
5.7. Détermination de β -carotène.....	70
5.8. Dosage de α -Tocophérol.....	71
6. Evaluation des activités antioxydantes de fruits étudiés.....	73
6.1. Evaluation de l'activité antiradicalaire des échantillons	73
6.2. Test de la réduction du fer (Ferric Reducing-Antioxidant Power) FRAP	75
6.3. Oxygen Radical Absorbance Capacity (ORAC)	77
7. Propriétés fonctionnelles	80
7.1. Capacité d'absorption d'eau et d'huile	80
7.2. Solubilité	81
7.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions.....	81
7.4. Capacité gélifiante.....	82
7.5. Capacité moussante et stabilité des mousses	82
7.6. Viscosité	83
7.7. pH.....	83
7.8. Mesure de l'indice réfractométrique (Brix).....	83
8. Analyse statistique.....	83

Chapitre II

Résultats et discussion

2.1. Rapports	84
2.2. Teneur en eau.....	84
2.3. Antioxydants de deux fruits étudiés	85
2.3.1. Propriétés antioxydantes de deux fruits frais.....	85
2.3.2. Activité antioxydante de deux fruits frais étudiés.....	86
2.3.3. Propriétés fonctionnelles de deux fruits frais étudiés.....	88
2.4. Etude de la cinétique du séchage.....	88
2.5. Effet de séchage sur les composés phénoliques de deux fruits.....	90
2.5.1. Identification et quantification des composés phénoliques de <i>Crataegus azarolus</i> par l'analyse de HPLC	90
2.5.2. Effet de séchage sur les propriétés antioxydantes de la pulpe du fruit d'azérole.....	100
2.5.2.1. Polyphénols totaux.....	100
2.5.2.2. Flavonoïdes	100
2.5.2.3. Flavan-3-ols.....	101
2.5.2.4. Anthocyanes	101
2.5.2.5. Proanthocyanidines.....	102

2.5.2.6. Acide ascorbique.....	102
2.5.2.7. β -Carotène.....	104
2.5.2.8. α -tocophérol.....	104
2.5.3. Effet de séchage sur l'activité antioxydante de la pulpe du fruit d'azérole.....	104
2.5.3.1. Test DPPH.....	105
2.5.3.2. Test FRAP.....	106
2.5.3.3. Test ORAC.....	106
2.5.4. Effet de séchage sur les propriétés fonctionnelles de la pulpe du fruit d'azérole.....	107
2.5.4.1. Capacité de rétention d'eau (CRE) capacité de rétention d'huile (CRH).	107
2.5.4.2. Solubilité.....	108
2.5.4.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions	109
2.5.4.4. Pouvoir moussant	109
2.5.4.5. Viscosité.....	110
2.5.4.6. pH.....	110
2.5.4.7. Total solide soluble	110
2.5.4.8. Gélification.....	112
2.5.5. Identification et quantification des composés phénoliques <i>d'Elaeagnus angustifolia</i> par HPLC.....	114
2.5.6. Effet de séchage sur les propriétés antioxydantes de la pulpe du fruit d'olivier de Bohème.....	122
2.5.6.1. Polyphénols totaux.....	122
2.5.6.2. Flavonoïdes	122
2.5.6.3. Flavan-3-ols.....	123
2.5.6.4. Anthocyanes.....	123
2.5.6.5. Proantocyanidines.....	124
2.5.6.6. Acide ascorbique	126
2.5.6.7. β -carotène.....	127
2.5.6.8. α -Tocophérols.....	128
2.5.7. Effet de séchage sur l'activité antioxydante de fruit d'olivier de Bohème.....	128
2.5.7.1. Test de DPPH.....	128
2.5.7.2. Test FRAP.....	130
2.5.7.3. Test d'ORAC	130
2.5.8. Effet de séchage sur les propriétés fonctionnelles du fruit d'azérole.....	131
2.5.8.1. Capacité de rétention d'eau (CRE) capacité de rétention d'huile (CRH).	131
2.5.8.2. Solubilité.....	132
2.5.8.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions	133
2.5.8.4. Pouvoir moussant	135
2.5.8.5. Viscosité.....	135
2.5.8.6. pH.....	136
2.5.8.7. Total solide soluble.....	136
2.5.8.8. Gélification.....	137
2.5.8.9. Coût, énergie des séchages de deux fruits.....	139
2.6. Influence des techniques d'extraction de deux fruits séchés par micro-onde et lyophilisation sur les propriétés antioxydantes.....	140
2.6.1. Identifications et quantification des polyphénols par HPLC après extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux du fruit <i>Crataegus azarolus</i>	140
2.6.2. Effet d'extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux sur les propriétés antioxydantes du fruit <i>d'Crataegus azarolus</i>	142
2.6.2.1. Polyphénols	142
2.6.2.2. Flavonoïdes	142

2.6.2.3. Flavan-3-ols.....	143
2.6.2.4. Anthocyanes.....	143
2.6.2.5. Proanthocyanidines.....	143
2.6.2.6. Acide ascorbique.....	145
2.6.2.7. β -carotène.....	146
2.6.2.8. α -tocophérol.....	146
2.6.3. Effet d'extraction sur l'activité antioxydante des extraits de fruit d'azérole.....	146
2.6.3.1. Test DPPH.....	146
2.6.3.2. Test FRAP.....	148
2.6.3.3. Test d'ORAC.....	148
2.6.4. Effet d'extraction sur les propriétés fonctionnelles des extraits du fruit d'azérole.....	149
2.6.4.1. Capacité d'absorption d'eau (CRE) et capacité d'absorption d'huile (CRH).....	149
2.6.4.2. Solubilité.....	149
2.6.4.3. La capacité émulsifiante (CE) et stabilité émulsifiante (SE).....	150
2.6.4.4. Propriété moussante.....	150
2.6.4.5. Viscosité.....	150
2.6.4.6. pH.....	150
2.6.4.7. Solides totaux solubles.....	152
2.6.4.8. Propriétés de gélification.....	152
2.6.5. Identifications et quantification des composés phénoliques par HPLC après extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i>	154
2.6.6. Effet d'extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux sur les propriétés antioxydantes du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i>	156
2.6.6.1. Polyphénols.....	156
2.6.6.2. Flavonoïdes.....	157
2.6.6.3. Flavan-3-ols.....	157
2.6.6.4. Anthocyanes.....	157
2.6.6.5. Proanthocyanidines.....	158
2.6.6.6. Acide ascorbique.....	158
2.6.6.7. β - carotène.....	160
2.6.6.8. α -tocophérol.....	160
2.6.7. Effet d'extraction sur l'activité antioxydante des extraits d'olivier de bohème.....	161
2.6.7.1. Test DPPH.....	161
2.6.7.2. Test FRAP.....	161
2.6.7.3. Test d'ORAC.....	162
2.6.8. Effet d'extraction sur les propriétés fonctionnelles des extraits d'oliviers de Bohème.....	163
2.6.8.1. Capacité de rétention d'eau et d'huile.....	163
2.6.8.2. Solubilité.....	164
2.6.8.3. La capacité d'émulsion (CE).....	164
2.6.8.4. Stabilité émulsifiante (SE).....	164
2.6.8.5. Propriété moussante.....	165
2.6.8.6. Viscosité.....	165
2.6.8.7. pH.....	165
2.6.8.8. Solides solubles totaux (TSS).....	165
2.6.8.9. Pouvoir gélifiant.....	166
2.6.9. Coût, énergie d'extraction de deux fruits étudiés.....	169
Conclusion et perspectives.....	170
Références bibliographiques.....	173
Annexe	

Liste des tableaux

	Page
Tableau 1: Composition biochimique de la partie comestible " <i>Crataegus azarolus</i> L." (Dzhangaliev, 2003 ; Koyunco et al., 2006).....	05
Tableau 2: Noms communs, scientifique et synonymes de l'espèce <i>Elaeagnus angustifolia</i> L.....	09
Tableau 3: Classement de l'olivier de Bohème	09
Tableau 4: Composition biochimique d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> L. (fruits) en%.....	13
Tableau 5: Constante diélectrique et facteur de pertes à 2 450 MHz et à température ambiante pour différents produits (Anizon et al., 2003).....	33
Tableau 6: Propriété fonctionnelle-propriété sensorielle (Marlène et Vierling, 2007).....	52
Tableau 7: Gradient d'élution des composés phénoliques par HPLC.....	63
Tableau 8: Temps de rétention à la température de 20°C et longueur d'onde (λ) de détection des composés phénoliques étudiés.....	64
Tableau 9: Gamme étalon de β -Carotène.....	71
Tableau 10: Gamme étalon de $\text{Fe SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	76
Tableau 11: Masse (mg) moyenne des deux fruits étudiés.....	84
Tableau 12: Rapports : partie comestible/fruit ; noyau/fruit et amande/noyau de deux fruits étudiés.....	84
Tableau 13: Teneur en eau dans la pulpe de deux fruits analysés (g/100g).....	84
Tableau 14: Activité antioxydante d'azérole et olivier de Bohème en utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC.....	87
Tableau 15 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les composés phénoliques du fruit d'azérole	92
Tableau 16: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanines, proanthocyanines, acide ascorbique, β -Carotène and α -Tocophérol du fruit d'azérole.....	103
Tableau 17: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur l'activité antioxydante d'azérole utilisant DPPH Assays. FRAP et ORAC.	105
Tableau 18: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fruit d'azérole.....	111
Tableau 19: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur le pouvoir gélifiant du fruit d'azérole.....	113
Tableau 20: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les composés phénoliques du fruit d'olivier de Bohème	115
Tableau 21: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanines, proanthocyanines, acide ascorbique, β -Carotène et α -Tocophérol du fruit de olivier de Bohème.....	125
Tableau 22 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur l'activité antioxydante d'olivier de Bohème utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC.....	129
Tableau 23 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fruit d'olivier de Bohème.....	134
Tableau 24: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur le pouvoir gélifiant du fruit d'olivier de Bohème.....	138
Tableau 25: Comparaison énergétique des deux méthodes de séchages pour les deux fruits étudiés ..	139

Tableau 26: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i>	141
Tableau 27: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanines, proanthocyanines, acide ascorbique, β -Carotene et α -Tocopherol du fruit de azérole.....	144
Tableau 28: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur l'activité antioxydante d'azérole utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC.....	147
Tableau 29: Effet des méthodes d'extraction (EMO et ECR) sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fruit d'azérole.....	151
Tableau 30: Effet d'extraction (EMO et ECR) sur le pouvoir gélifiant du fruit d'azérole.....	153
Tableau 31: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur les composés phénoliques d'olivier de Bohème.....	155
Tableau 32: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanines, proanthocyanines, acide ascorbique, β -Carotene et α -Tocopherol du fruit de olivier de Bohème.....	159
Tableau 33: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watt et à chauffage à reflux sur l'activité antioxydante d'olivier de Bohème utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC.....	162
Tableau 34: Effet des méthodes d'extraction (EMO et ECR) sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fruit d'olivier de Bohème.....	167
Tableau 35: Effet d'extraction (EMO et ECR) sur le pouvoir gélifiant du fruit d'olivier de Bohème.....	168
Tableau 36: Comparaison énergétique des deux méthodes d'extractions pour les deux fruits étudiés.....	169

Liste des figures

	page
Figure 1 : Représentation l'arbre et fruit de <i>Crataegus azarolus</i> Là Ain Touta	01
Figure 2 : Différentes parties de l'arbre d'azérolier www.wikipedia.org	02
Figure 3 : Aire de répartition du " <i>Crataegus azarolus</i> L." en Algérie (Quezel et Santa, 1962).....	04
Figure 4 : Représentation l'arbre et fruit de <i>Elaeagnus angustifolia</i> Là Fesdis	08
Figure 5 : Différentes parties de l'arbuste de l'olivier de Bohême (Hallier, 1982).....	10
Figure 6 : Répartition de l'Olivier de Bohême dans la région des Aurès (DSA,2017).....	12
Figure 7 : Structure de quelques composés phénoliques (Wang et Mazza, 2002).....	18
Figure 08 : Structure de base des flavonoïdes.....	19
Figure 09 : Quelques flavonoïdes. Les fonctions de substitution font référence au groupe OH ou, entre parenthèses, à OCH ₃ (Medić-Šarić et al.,2003)	20
Figure 10 : Structure de la vitamine E.....	21
Figure 11 : Structure de la provitamine A.....	22
Figure 12 : Structure de la vitamine C.....	22
Figure 13 : Représentation schématique des échanges de matière et de chaleur lors d'une opération de séchage (Bimbenet et al., 2002).....	26
Figure 14 : Essai de séchage (Bimbenet, 1984).....	26
Figure 15 : Diagramme d'état de l'eau pure (Marin et René, 2000).....	28
Figure 16 : Spectre électromagnétique (Lucchesi, 2005).....	31
Figure17 : Différentes parties de micro-ondes domestiquer type : GE107Y, SAMSUNG ...	32
Figure 18 : Montage d'un système de chauffage à reflux(Proestos et Komaitis,2008).....	39
Figure 19 : Dessin d'extraction par micro-ondes(Sahin et Sumnu, 2006).....	40
Figure 20 : Phénomènes de gélification et d'épaississement. D'après Ralet (1992)	48
Figure 21 : Méthodologie utilisée pour l'étude de l'ensemble de nos échantillons frais, secs et extraits des fruits des <i>Crataegus azarolus</i> et <i>Elaeagnus angustifolia</i> utilisés aux niveaux les deux laboratoires : LSA (Université BATNA 1, Batna, Algérie et GRAPPE (École Supérieure d'Agriculture, Angers, France).....	54
Figure 22 : Représentation des différentes parties de <i>Crataegus azarolus</i>	55
Figure 23 : Représentation des différentes parties d' <i>Elaeagnus angustifolia</i>	55
Figure 24 : Micro-onde domestique type (GE107Y SAMSUNG).....	57
Figure 25 : HPLC Agilent (HP 1200 Waldbronn, Allemagne).....	62
Figure 26 : Courbe d'étalonnage des polyphénols.....	65
Figure 27 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes	66
Figure 28 : Courbe d'étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavanols totaux.....	67
Figure 29 : Courbe d'étalonnage pour le dosage tannins condensés.....	69
Figure 30 : Courbe d'étalonnage de dosage de l'acide ascorbique.....	70
Figure 31 : Courbe d'étalonnage de dosage de β -Carotène.....	71
Figure 32 : Courbe d'étalonnage de dosage de α -Tocophérol.....	73
Figure 33 : Forme libre et réduite du DPPH ₂ (Brand-williams et al., 1995).....	73
Figure 34 : Courbe d'étalonnage du pourcentage d'inhibition du DPPH ^o =f([Trolox]).....	74
Figure 35 : Schéma sur la réaction de test FRAP (Ferric reducing antioxidant power)	75
Figure 36 : Courbe d'étalonnage de de Fe SO ₄ . 7H ₂ O.....	77
Figure 37 : Étapes de mesure de l'activité antioxydante selon le test ORAC (Zulueta et al.,2009) ...	78
Figure 38 : Courbe standard pour ORAC.....	80
Figure 39 : Courbes de décroissance obtenues pour Trolox.....	80
Figure 40 : Polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanines, proanthocyanines, acide ascorbique, β -Carotène and α -Tocophérol de deux fruits d'azérole et olivier de Bohême frais.....	86
Figure 41 : Capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fuit d'azérole et olivier de Bohême.....	87

Figure 42: Effet de la puissance micro-onde sur les cinétiques de vitesse de déshydratation des fruits d'olivier d'azérole	88
Figure 43: Effet de la puissance micro-onde sur les cinétiques de vitesse de déshydratation des fruits d'olivier de Bohême.....	89
Figure 44: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> frais et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	93
Figure 45: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à 100 W et analysé par HPLC au longueurs d'ondes de 280 nm(A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	94
Figure 46: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à 180 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	95
Figure 47: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à 300 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	95
Figure 48: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à 450 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	96
Figure 49: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à 600 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	97
Figure 50: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> séché par micro-onde à puissance 900 W analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	98
Figure 51: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> lyophilisé analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	98
Figure 52: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> frais analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	116
Figure 53: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 100 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	117
Figure 54: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 180 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	118
Figure 55: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 300 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	119
Figure 56: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 450 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	119
Figure 57: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 600 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	120
Figure 58: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché par micro-onde à puissance 900 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).....	121
Figure 59: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentent les composés phénoliques du fruit d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> lyophilisé, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B)et 360 nm(C).....	122

Liste des abréviations

Aw : activité de l'eau

C°: Degré Celsius

CE : Capacité émulsifiante

CRE : Capacité de rétention d'eau

CRH : capacité de rétention d'huile

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl

DSA : Direction des Services Agricoles

EAG : Equivalent acide gallique

EC : Equivalent catéchine

ECR : extraction par un chauffage à reflux

EMO : extraction par micro-onde à 200 W

EQ : Equivalent quercitine

FL : fluorescéine

FRAP : Ferric Reducing-Antioxidant Power

Ghz : Giga Hertz

HPLC : Chromatographie en phase liquide à haute performance

IAA : Industrie Agro-Alimentaire

MGh : Méga Hertz

ORAC : Oxygen Radical Absorbance Capacity

PBS : solution tampon phosphate

SE : Stabilité des émulsions

TPTZ : solution de 2, 4, 6- tripyridyl-s-triazine

TROLOX : acide 6- hydroxyl 2, 5,7.8.tetraméthylchroman-2- carboxylique

USDA : United States Department of Agriculture

INTRODUCTION

Introduction

La population s'intéresse de plus en plus à la consommation « d'aliments santé » et d'aliments traditionnels enrichis en substances (vitamines, polyphénols, etc.). Cet intérêt plutôt récent, et les fortes campagnes publicitaires axées sur les effets bénéfiques de ces aliments sur la santé, constituent une des habitudes alimentaires.

L'Algérie possède des essences importantes constituées d'arbres dont la majorité n'est pas mise en valeur. Leurs fruits représentent une partie importante dans la consommation alimentaire humaine et leur richesse en substances nutritives.

Or, il existe certains fruits qui sont peu consommés du fait de leur rareté et de l'ignorance de leur qualité nutritive. Parmi ceux là, on a choisi de mener notre étude sur deux fruits qui sont :

L'azérolier *Crategus azarolus* L. « Famille des rosacées » est une essence sauvage dont les fruits « azéroles » utilisés comme une source alimentaire pour les enfants. Le fruit de cet arbre représente une partie importante dans la consommation alimentaire humaine vu leur richesse en antioxydant.

L'olivier de Bohême *Elaeagnus angustifolia* L. « Famille des élæagnacées » sont de petites drupes ovoïdes ressemblant à de petites olives de couleur jaune-rougeâtre, consommées largement à l'état frais ou utilisées dans la préparation de différents assaisonnements. Ces fruits seraient très riches en polyphénols et en vitamines.

Les procédés de séchage que subit l'aliment peuvent provoquer des modifications sur la teneur des antioxydants qui peuvent être bénéfiques ou non. Donc, il est très important de suivre les modifications des propriétés antioxydantes et fonctionnelles après traitements technologiques.

Au cours de ces dernières années, les nouvelles techniques d'extraction par micro-ondes se présentent de plus en plus comme une alternative aux techniques classiques d'extraction liquide-solide (macération, percolation, lixiviation, extraction accélérée par solvant, ...) pour la préparation d'échantillons d'origines végétales.

En effet, ces dernières possèdent un certain nombre d'inconvénients au niveau de la toxicité des solvants, de la durée, du coût, ou de la pollution de l'environnement.

Les propriétés fonctionnelles (viscosité, pH, émulsification...) déterminent la qualité des denrées alimentaires (goût, texture, structure, apparence...).

L'ensemble de ces données nous fait penser qu'il est nécessaire de comparer entre ces techniques de séchage et d'extractions et de choisir parmi elles la meilleure technique pour avoir des extraits naturels de haute qualité fournis par l'industrie.

En particulier, ces études s'efforcent de répondre aux souhaits de l'industrie agroalimentaire ou bien utilisés dans les produits pharmaceutiques et médicinales qui, au delà de la valeur énergétique de ses produits, a le souci de mieux maîtriser les procédés technologiques, afin de préserver les micro constituants à valeur nutritionnelle et les interactions qu'ils développent et qui sont susceptibles de moduler leurs propriétés et leur biodisponibilité.

Problématique et hypothèses de travail

- Énoncé de la question principale et des questions secondaires
- Hypothèses argumentées des réponses à la question principale et aux questions secondaires

1-L'hypothèse de départ de ce travail a été supportée par les résultats de Chang et al. (2006) et Ahmediani et al. (2000) ainsi (Bekker et Glushenkova(2001), qui ont constaté la présence des antioxydants dans les fruits de *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia* . De ce fait, les extraits polaires de fruits devraient présenter un profil polyphénolique intéressant. Ces biomolécules, en tant qu'antioxydants reconnus, attribueraient aux extraits des effets antioxydants à différentes températures.

2-L'application de différentes méthodes de déshydratation « micro-ondes et lyophilisation », comme étape de prétraitement des fruits d'azérolier et l'olivier de Bohême, aurait un effet sur le rendement de l'extraction des antioxydants et leurs propriétés fonctionnelles.

Dans le cadre contextuel présenté, la problématique générale de ce travail peut se formuler de la façon suivante :

Influence des techniques de séchage et extraction sur les propriétés antioxydantes et fonctionnelles de ces fruits.

Notre **problématique** peut être scindée en deux questions :

1. Parmi les deux techniques de séchage (séchage par micro-onde et lyophilisation), quelle est la meilleure méthode utilisée pour conserver les propriétés anti oxydantes et fonctionnelles ?

2. Parmi les deux techniques d'extraction (chauffage à reflux et micro-ondes), quelle est la meilleure méthode utilisée pour conserver les propriétés antioxydantes et fonctionnelles des produits secs ?

Objectifs spécifiques

- Étude cinétique de séchage de deux fruits étudiés et séchés par micro-onde à différentes puissances (100, 180, 300, 450,600 et 900 W).
- Déterminer les antioxydants et les propriétés fonctionnelles de la pulpe de deux fruits frais et séchés par micro-ondes à différentes puissances (100, 180, 300, 450,600 et 900 W), lyophilisés et extraits obtenus par la méthode de chauffage à reflux et par micro-ondes à 200 W, et analyser les différences causées par ces deux méthodes de déshydratation et d'extraction.
- Analyser par HPLC extraits obtenus par la méthode conventionnelle « chauffage à reflux et par micro-ondes à 200 W issus de la pulpe de deux fruits frais et séchés à micro-ondes et lyophilisés, pour déterminer leur composition en polyphénols et vitamine A ,E et C et établir les différences par rapport aux deux méthodes de déshydratation et d'extraction .

Notre travail comporte les deux parties suivantes :

- La première partie : Étude bibliographique, dans laquelle nous avons regroupé quelques données sur les espèces *Crataegus azarolus* L. et *Elaeagnus angustifolia* L., données sur les antioxydants, généralités sur le séchage, extraction et sur les propriétés fonctionnelles.
- La deuxième partie : Étude expérimentale qui présente le matériel et les méthodes utilisées, comporte aussi les résultats acquis dans l'étude et leur discussion.

ÉTUDE BIOLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I :

DONNÉES SUR L'AZÉROLIER «*.CRATAEGUS AZAROLUS L* »

Chapitre I

Données sur l'azérolier « *Crataegus azarolus* L.»

1. Généralités

1.1. Introduction

Depuis des années, l'aubépine (*Crataegus azarolus* L.) existe en Algérie et est utilisée dans différents domaines et en particulier comme aliment; cette utilisation se prolonge jusqu'à nos jours. Aubépine (*Crataegus* espèces), appartenant à la famille des Rosacées, qui sont des petits arbres ou arbustes. Le nom commun de (*Crataegus azarolus* L.) est aubépine ou azérole. L'arbre d'aubépine préfère les étages de secteurs inférieurs de la forêt (Ozcan et al., 2005).



Figure 1 : Représentation de l'arbre et du fruit de *Crataegus azarolus* L à Ain Touta.

1.2. Étymologie

Crataegus : nom générique des aubépines (rosacées), désignant en latin ("Crataegon" ou "Cratægus" et en grec ("κράταγιος ou κράταγιου"), l'azerolier (*C. azarolus* L.) ; peut-être du grec "κράτος" par allusion à la dureté du bois (Couplan, 2000).

Le nom botanique des aubépines est dérivé d'un terme qui, chez Théophraste, désignait l'azerolier. Le genre *Crataegus* comprend plus de 600 espèces. Ce nombre varie selon les auteurs (Brosse, 2000).

1.3. Historique et origine

L'aubépine a été découverte en 1896 par le Docteur J. C. Jennings, à Chicago, qui utilisait ces plantes pour les traitements des maladies cardiovasculaires chez les personnes âgées (Brothers, 1917). Son nom commun Azérolier vient de l'espagnol "acerola", qui désigne le fruit d'un arbuste (*azarolus de Crataegus*), d'*Al-zu'rur* en arabe. Ce sont donc probablement les arabes qui ont

introduit l'Azerolier en Afrique du Nord, puis en Espagne, d'où vient le nom "Epine d'Espagne"(Brosse, 2000).

1.4. Classification botanique

Selon Jacamon (1992) et Messali (1995), la classification est comme ci-dessous :

Embranchement :	Spermaphytes
Sous embranchement :	Angiospermes
Classe :	Dicotylédones
Sous classe :	Dialypétales
Série :	Calciflores
Ordre:	Rosales
Famille :	Rosacées
Tribu :	Rosacées spontanées en Algérie
Genre :	<i>Crataegus</i>
Espèce :	<i>Crataegus azarolus</i> L.

1.5. Description de l'espèce

* **L'arbre de l'aubépine** : est un arbrisseau buisson pouvant atteindre 4 mètres de hauteur, les rameaux grisâtres sont couverts de fortes épines courtes (UINC, 2001).

* **L'Écorce** est lisse et gris clair, devenant brunâtre et gerçurée (Kjaer et al .,2006).

* **Les Rameaux** un peu épineux (parfois sans épines), les jeunes blanchâtres cotonneux.

* **Les Bourgeons** sont globuleux.

* **Les Feuilles** sont caduques, alternes, longues de 2 à 5 cm, à petit pétiole poilu cotonneux, vert grisâtre en dessous, en forme d'éventail" de coin à la base", entières 3 à 5 fois légèrement lobées, avec des lobes aux bords entiers ou dentés, poilus, blanchâtres en dessus. A la base du pétiole poussent deux stipules caduques (Bloued, 2003).

* **La Fleur** de couleur blanche ou légèrement rosée (Avril-Mai), en bouquets terminaux (corymbes), est formée de 10 à 20 petites fleurs, d'odeur forte, peu agréable et exaltée par la chaleur solaire .La fleur est formée de 5 pétales, 2 à 3 styles, 16 à 22 étamines et 1 à 5 carpelles. La floraison a lieu à l'apex de la croissance annuelle (la première moitié du mois de Mai (Koyuncu et al., 2006).



Figure 2 : Différentes parties de l'arbre d'azérolier www.wikipedia.org
(Consulté le : 21/09/2014)

***Le Fruit** est assez gros 'azérolier', 1.5 à 2 cm de diamètres, de rouge à jaunâtre, à goût acidulé, agréable, à deux noyaux (parfois 1). La chair pulpeuse, parfumée, consommable, ressemble à des pommes miniatures. Le fruit arrive à sa maturité en Septembre-Octobre (Gloaguen, 1982 ; Boussard et Cuisance, 1984).

***Le Pédoncule et pédicelles** sont poilus (Bonnier et Delayens, 1970).

* **Les Noyaux sont triangulaires**, et rainurés, plats à la face interne. (Fournier, 1952 ; Pokorny, 1975).

***Le Bois est compact**, dur, lourd (Brosse, 2000).

1.6. Espèces appartenant au même genre

Ce genre compte 200 espèces largement disséminées de l'Europe à l'Asie Mineure, Himalaya, la Chine, le Japon et l'Amérique du Nord (Boussard et Cuisance, 1984).

Au début du XX^e siècle, de nombreuses espèces ont été décrites en Amérique du Nord.

Les espèces les plus intéressantes sont les suivantes :

Crataegus monogyna (l'aubépine monogyne)

Crataegus oxyacantha (l'aubépine commune)

Crataegus latifolia (Boussard et Cuisances, 1984).

Selon Quezel et Santa (1962), les espèces existantes en Algérie en plus d'azérolier sont :

Crataegus oxyacantha L. (boumekherri ou Babaadjina), *Crataegus monogyna* Jac.;
Crataegus maura (l fils) .

1.7. Exigence de l'espèce

Cette espèce s'installe aux bords de ruisseaux, des fossés et des forêts humides claires en plein soleil (Boudy, 1955). Espèce calcicole, thermo-xérophile, elle a une préférence pour les sols secs, lourds argileux (Pokorny, 1975 ; Jacamon, 1992). L'arbre de *Crataegus azarolus* L. préfère les climats chauds (Bellini et Giordani, 1998).

Selon Milouane (2000) et Ken (2000), cet arbre peut se développer sur des sols alcalins et tolère la pollution atmosphérique.

1.8. Habitat et Répartition de *Crataegus azarolus* L.

1.8.1 Habitat

Cette aubépine pousse spontanément dans les forêts et broussailles des plaines et de la montagne jusqu'à 2000 m d'altitude (Beloud, 2003). Elle peut vivre jusqu'à 500 ans (Gerard et Aymonin, 1993).

1.8.2. Répartition

1.8.2.1. Dans le monde

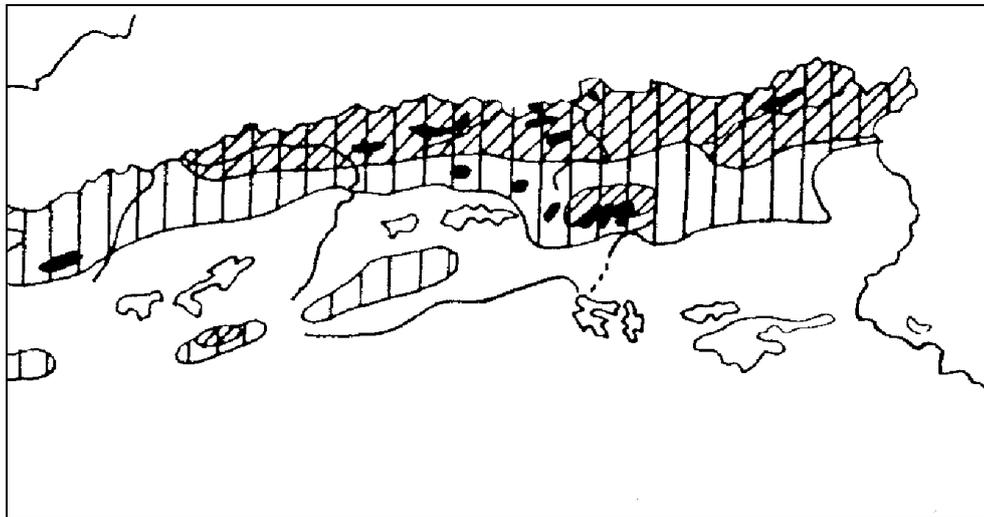
Selon Boussard et Cuissance (1984), cette espèce est connue depuis 1700. Elle est commune dans les haies, en bordure des chemins et en lisières des bois de toutes les régions tempérées (notamment en France) de l'Asie occidentale et de l'Afrique du Nord. Elle est naturalisée en Amérique du Nord et cultivée en région méditerranéenne (Grieve, 2003).

1.8.2.2. En Algérie

En Algérie, l'azérolier est localisé surtout dans le Tell Algéro –Constantinois, connue "**Zaaroura**", d'une façon spontanée et parfois plantée en haie dans les jardins(Querzel et Santa ,1962).

Selon Serhane (2005), l'arbre de l'azérolier est rencontré dans :

- **La région de Constantine** : Djebel El Meridj, El Khroub et Ain Abid.
- La région de Guelma** : Oued Zenati, Ras el Akba.
- La région de Souk Ahras** : Bouchegouf.
- La région de Sétif** : Bougaâ, Ain Roua, Ain Kebira, Beni Aziz, Djebel Boutaleb et Ouled Tebène.



 Aire de *Crataegus azarolus* L.

Figure 3 : Aire de répartition du "*Crataegus azarolus* L." en Algérie
(Querzel et Santa, 1962).

2. Composition biochimique du fruit *Crataegus azarolus* L.

Le fruit *Crataegus azarolus* L. contient 15,90% des sucres totaux qui sont des oses : fructose, glucose, rhamnose (Dzhangaliev, 2003).

La composition biochimique de l'aubépine est caractérisée par la présence des acides amines aromatiques, et une trace d'huile essentielle, les phénols, les flavonoïdes de 1–2% (Chang et al., 2006).

Tableau 1 : Composition biochimique de la partie comestible "*Crataegus azarolus* L." (Dzhangaliev, 2003 ; Koyunco et al., 2006).

Propriété	Valeur (mg/100g ms)
Sucre	15900
Pectine	600-1600
Tannin et pigment	800- 1700
Flavonoïdes	1000-2000
Acidité	01,38
Vitamine C	27,58
Vitamine A (Prov A)	380-680
Ca	9,80
P	1,16
K	1,58
Mg	7,10
Na	2,00
Cu	0,16
Mn	0,24

Le fruit azérolier contient beaucoup d'acides aminés avec un total de 3 à 6% dans les fruits séchés (Chang et al., 2006).

Les fruits sont riches en vitamines : vitamines C, β -carotène (prov A), niacine "B₃"; riboflavine "B₂", thiamine "B₁" et aussi riches en polysaccharides : pectine et cellulose (4,67 %) (Baba-Aissa, 1999).

La partie comestible des fruits a une teneur élevée en Ca, K, Mg, Na, P, Cr, Co, Fe, Mn, Si, Se, Zn. (Baba- Aissa , 1999 ; Ozscan et al., 2005).

Le fruit de l'azérolier est considéré comme une bonne source d'antioxydants (vitamine A et E et la vitamine C) (Chang et al., 2006).

Selon Bignami et al (2003), ont été montré que la pulpe de fruit de *Crataegus azarolus* est très riche en polyphénols de 1,8 à 2,4% de la matière fraîche .Les valeurs de flavonoïdes (0,066 à 0,088% mf) et les procyanidines (1,03 à 2,4% mf) totaux étaient similaires à ceux des écotypes azeroles analysées dans l'Iraq (Ker'y et al., 1987). Le contenu de procyanidines n'a pas beaucoup différé des valeurs indiquées dans la pharmacopée européenne pour l'aubépine.

Dans la partie charnue de *Crataegus azarolus* ont été décelés les constituants suivants (Garcia et al., 1997 ; Bruneton, 1999 ; Svedstroma et al., 2002 ; Degenring et al., 2003 ; Urbanaviciuté et al., 2006).

-Acides phénoliques (1-2%) ;

- ❖ Acide chlorogénique ;
- ❖ Acide caféique.

-Flavonoïdes (2-3%) ;

- ❖ Vitexine ;
- ❖ Quercétine ;
- ❖ Vitexine 2 rhamnoside.

-Tanins.

-Coumarines.

-Triterpènes et acides triterpéniques..

-Huile essentielle (trace).

3. Différentes utilisations de l'azérolier

3.1. Utilisation alimentaire

3.1.1. Fruits

Beaucoup de produits obtenus à partir de la pulpe du fruit sont : les confitures, la farine, les gelées, les marmelades et les sirops. Les différentes transformations diminuent l'apport en vitamines de ce fruit et la consommation à l'état frais reste préférable (Gérard et Aymonin, 1993 ; Vivar-Vera et al., 2007). Ces baies constituent une bonne source alimentaire importante pour beaucoup d'animaux en hiver (Croxtton et Sparks, 2002).

3.1.2. Feuilles et Fleurs

Les jeunes feuilles et les fleurs peuvent être consommées sans problème et peuvent s'ajouter aux salades. Les pétales de fleurs sont utilisés pour décorer les salades (Galle, 2005).

3.2. Utilisation médicinale

L'utilisation de l'extrait du fruit de l'aubépine permet de baisser le cholestérol sanguin (Zhang et al., 2006). Les extraits d'aubépine (*Crataegus*) ont des effets bénéfiques sur le cœur et la circulation sanguine et sont aussi utilisés comme un protecteur contre les maladies cardiovasculaires et les effets de l'hypotension (Svedstrom et al., 2002). Aussi ces fruits sont utilisés en médecine traditionnelle pour traiter les règles douloureuses et les diarrhées (Ozcan et al., 2005).

L'extrait de l'aubépine Israélienne est utilisé pour traiter les maladies cardio-vasculaires, cancers, tachycardies, diabètes et la diminution de l'activité sexuelle dans la médecine traditionnelle Arabe (Ljubuncic et al., 2005 ; Chang et al., 2006)

Les extraits du *Crataegus* ont été utilisés dans le traitement de plusieurs maladies comme : vasodilatateur, anti-inflammatoire et circulatoire, diurétique, hypertenseur, léger relaxant sédatif et antioxydant (Ljubuncic et al., 2005 ; Chang et al., 2006).

3.3. Utilisation pharmaceutique

L'azérolier est préparé en pharmacie sous diverses formes : sirop; dragée; associé à d'autres plantes; telles que le saule blanc et se trouve aussi sous forme de comprimés, comme comprimé

d'acérola (la vitamine C « 23-25% » naturelle). Cet extrait serait un bon reconstituant de convalescence en cas de forte fatigue (Baba Aissa, 1999).

3.4. Utilisation ornementale

L'arbre est prospérant dans tous les sols et grâce à ces différentes formes de multiplication par semi, par drageonnement, il facilite des haies défensives autour des prairies. Armé d'épine il interdit l'accès au bétail (Iserin, 2001).

Les différents cultivars à fleurs simples ou doubles, coloris planté isolé en alignement produisent un magnifique effet par leur floraison de longue durée brillante jusque la fructification (Corbin et al., 1992).

3.5. Autres utilisations

En Grèce, à Rome ancienne, on retrouve l'aubépine dans les cérémonies des mariages et dans les suites nuptiales pour assurer le bonheur, la prospérité et la fertilité du couple et elle est aussi symbole de fidélité conjugale (Iserin, 2001).

Selon Beloued (2003), l'azérolier est utilisé comme porte-greffe pour le néflier et le bois sert au chauffage.

Il sert aussi pour :

- Le Contrôle de l'érosion parce qu'il tolère une variété large des emplacements ; il peut être planté pour stabiliser des banquettes et pour contrôler l'érosion.
- Le bois de construction bien que le bois soit dur et fort, il n'a aucune valeur commerciale à l'exception de manches à outils.
- La faune car il fournit un abri excellent et des emplacements pour beaucoup de petits oiseaux. Les petits fruits sont mangés par les oiseaux, les rongeurs et autres plus petits mammifères (Gamlin, 1993).

En Algérie : Selon Serhane (2005) :

- Les azéroliers sont considérés comme source de revenus, vu leur commercialisation;
- L'Azérolier est un arbre de clôture, un plant de reboisement et de lutte contre l'érosion ;
- Les fleurs sont considérées comme source nourricière pour les abeilles, en période de floraison.

4 .Marché de *Crataegus azarolus*

Devant les écoles primaires ou à l'entrée des marchés et des souks, les vendeurs de « zaârour » marquent leurs territoires munis de leurs couffins remplies de ces baies jaunâtres. Vendu, aujourd'hui, à 50 da le « Kess » (un verre de 25 cl), l'azérole a toujours été le fruit de prédilection des enfants et des petits friands de gâteries.

CHAPITRE : II

DONNÉES SUR L'OLIVIER DE BOHÈME (*ELAEAGNUS ANGUSTIFOLIA* L.)

Chapitre II

Données sur l'olivier de Bohême « *Elaeagnus angustifolia* L. »

1. Généralités

1.1. Origine et historique

L'olivier de Bohême est originaire de plusieurs régions : sud de l'Europe, centre de l'Asie et Himalaya (Bailly, 1914). Il est introduit en Amérique du Nord pendant les périodes coloniales et a été largement planté aux Etats-Unis (Elias, 1980).

L'olivier de Bohême garde le goût des terres riches, profondes et des situations en pleine lumière. Il résiste au froid et a une longévité de plus de 50 ans (Van Dersel, 1939 ; Mark et al., 2002).



Figure 4 : Présentation de l'arbre et du fruit de *Elaeagnus angustifolia* L à Fesdis.

Les chalefs se reconnaissent aisément à leurs rameaux et leurs feuilles abondamment recouvertes d'épidotes, c'est-à-dire d'écailles argentées ou brunes qui donnent à ces organes un éclat particulier. (Gérard et Aymoin, 1993).

En premier lieu cultivé en Allemagne en 1736, l'olivier de Bohême a été introduit aux Etats-Unis en 1800, et a été planté comme un ornemental. Le service de la conservation du sol américain a recommandé l'utilisation de l'olivier de Bohême comme « brise-vent » (Bailly, 1914).

1.2.Étymologie

Le mot *Elaeagnus* vient du grec elaios, olivier et agnos, qui désigne le gattilier ou agneau chaste (*Vitex agnus-castus*). Ce nom a été donné à la plante par Karl Von Linné en 1753, les grecs anciens désignant par elaeagnos, le saule (Jacamon, 1992).

Elaeagnus : nom de genre du *chalef* ou de l'olivier de Bohême (*Elaeagnus angustifolia* L.) et d'espèces voisines, désignant en grec un arbrisseau (Couplan, 2000).

Angustifolia : Angus : étroit /folia : feuilles ou à feuille étroites (Mitcheh, 1982 ; Jacamon, 1992).

Au 17 siècle, ce *chalef* a été appelé "**arbre d'argent**" ou "arbre de paradis" pour ses qualités ornementales et a été planté le plus souvent dans les parcs et les jardins publics.

Chalef vient de "**Kalef**" qui désigne un saule en arabe. En effet, les feuilles du chalef ont la forme de certaines espèces de saules (Brosse, 2000).

1.3. Synonymes

Les noms de l'espèce *Elaeagnus angustifolia* L. ont été définis par Corsin (2003) et sont présentés dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2 : Noms communs, scientifique et synonymes de l'espèce *Elaeagnus angustifolia* L.

Noms scientifiques	Synonymes	Noms communs
<i>Elaeagnus angustifolia</i> L.	<i>Elaeagnus iliensis</i> Musheg.	*L'olivier de Bohême, Chalef, (noms utilisés par les francophones)
<i>Elaeagnus angustifolius</i> L.	<i>Elaeagnus umbellata</i> Thunb.	*Russian Olive, oleaster, silverberry, (noms utilisés par les anglo-saxons)

1.4. Systématique botanique

Le classement de l'olivier de Bohême a été étudié en particulier par Jacman en 1992 et Guignard en 2000. Les résultats de ces travaux sont représentés dans le tableau 3.

Tableau 3 : Classement de l'olivier de Bohême

Embranchement:	Spermaphytes
Sous embranchement:	Angiospermes
Classe:	Dicotylédones
Sous classe:	Dialypétales
Série	Calciflores
Ordre:	Elaeagnales
Famille:	Elaeagnaceae
Tribu :	Rosacées spontanées en Algérie
Genre :	<i>Elaeagnus</i>
Espèce:	<i>Elaeagnus angustifolia</i> L.

1.5. Description et caractéristique de l'olivier de Bohème

L'olivier de Bohème (*Elaeagnus* L. Élaéagnacées) : ce genre se compose de 40 espèces à travers le monde (Dzhangaliev et al., 2003).

L'olivier de Bohème est un arbuste vigoureux, épineux de 3 à 10 m de hauteur, avec une couronne argentée, décoratif par ses feuilles allongées comme celles du saule vert argenté, surtout au revers, fleurs odorantes, suivies de petits fruits comestibles (Dzhangaliev et al., 2003). Il a une croissance très rapide (Edward et al., 1993).



Figure 5 : Différentes parties de l'arbuste de l'olivier de Bohème (Hallier, 1882) www.mikroskopie-muenchen.de (consulté le : 12/11/2016)

***L'écorce** : brun foncé, luisante, lisse puis gerçurée écailleuse (Gloaguen, 1982 ; Dzhangaliev et al., 2003). Son léger est assez cassant (Rol, 1965 ; Jacamon, 1992).

***Les rameaux** : couverts d'écailles argentées, brillantes, ramilles épineuses, ainsi que des bourgeons assez rarement transformés en piquants (Rol, 1965 ; Boussard et Cuisance, 1984).

***Les feuilles** : alternées, simples, linéaires, ovales, lancéolées ou oblongues, caduques ou semi persistances. La taille de la feuille est de 4 à 8 cm de long, et de 0,4 à 1,5cm de large. Elle est argentée sur les deux faces, surtout la face interne qui est munie en plus, de poils étoilés. Enfin, le feuillage est largement aromatique (Fournier, 1952 ; Rol, 1965 ; Edward et al., 1993 ; Brosse, 2000 ; Dzhangaliev et al., 2003).

***Les fleurs**: odorantes, campanulées, fasciculées de 1cm de longueur, argentées à l'extérieur, jaunâtres à l'intérieur. Elles sont hermaphrodites mais uniquement les mâles (Fournier, 1952; Boussard et Cuisance, 1984 ; Jacmon, 1992).

***Les fruits:** petites drupes ovoïdes, écailleuses, ressemblant à de petites olives mais de couleur jaune rougeâtre. Elles ont une saveur douceâtre, mais sucrée. Chaque fruit a une graine simple au centre (Fournier, 1952 ; Gloaguen, 1982 ; Boussard et al., 1984).

La consommation du fruit de l'olivier de Bohème par les oiseaux et les mammifères a été évoqué dans plusieurs rapports (USDA, 1974 ; Shafroth et al.,1995; Lesica et Milles,1999; Mark et al., 2002). Ils mûrissent en juillet et août (Dzhangaliev et al., 2003).

1.6. Exigences

L'olivier de Bohème est remarquable par sa grande résistance à la sécheresse, mais souffre parfois des froids hivernaux (Rol, 1965). C'est un arbuste très vigoureux, rustique qui s'adapte aux sols caillouteux, aride (Brosse, 2000).

L'olivier de Bohème résiste à (presque) tout : la sécheresse, la pollution, le vent, les sols salés et les tailles répétées. Très peu sensibles à la maladie, il résiste assez bien au froid (bien mieux que les fusains panachés par exemple), surtout dans les sols bien drainés. Qu'ils soient caducs ou persistants, les *Elaeagnus* sont vraiment des végétaux sans problèmes (Brosse, 2000).

La texture rugueuse et coriace des feuilles des oliviers de Bohème persistants ainsi que l'effet lumineux des cultivars panachés, en font un élément décoratif de premier plan dans un jardin. Mais leur adaptabilité hors du commun vous permet de les utiliser comme il vous plaira : de la plus classique haie de bord de mer au plus surprenant topiaire (Dzhangaliev et al., 2003).

La présence des nodules de fixation d'azote gazeux sur ses racines lui permet de s'adapter aux sols faibles (Dzhangaliev et al., 2003).

1.7. Répartition de l'olivier de Bohème

1.7.1. Dans le monde

L'olivier de Bohème se développe dans les régions où les altitudes sont tempérées et sont réparties en Asie (Japon, Chine), en Amérique du Nord, dans le bassin méditerranéen et se développe également dans le sud de l'Europe (Jacamon, 1992).

Selon Brosse (2000), il existe environ 40 espèces dans le Sud de l'Europe, en Asie et en Amérique du Nord.

1.7.2 .En Algérie

En Algérie, l'olivier de Bohème est cultivé comme un ornement des bords des routes (Simon, 1985).L'olivier de Bohème se localise surtout dans les hauts plateaux. Il a été introduit et planté systématiquement dans les régions de Djelfa, de Biskra, de Relizane, de Mascara et dans le sud de

Tennes et de Chershell (Journal d'Agriculture, 1958).

1.7.2.1. Dans les Aurès

L'olivier de Bohème est subspontané suivant les régions qui sont portées sur la carte : Ain Touta, Barika, Fesdis, Tazoult et Ouled-Fadhel. Il est utilisé spécialement comme brise-vent, clôture de jardins et de fermes (DSA, 2017).

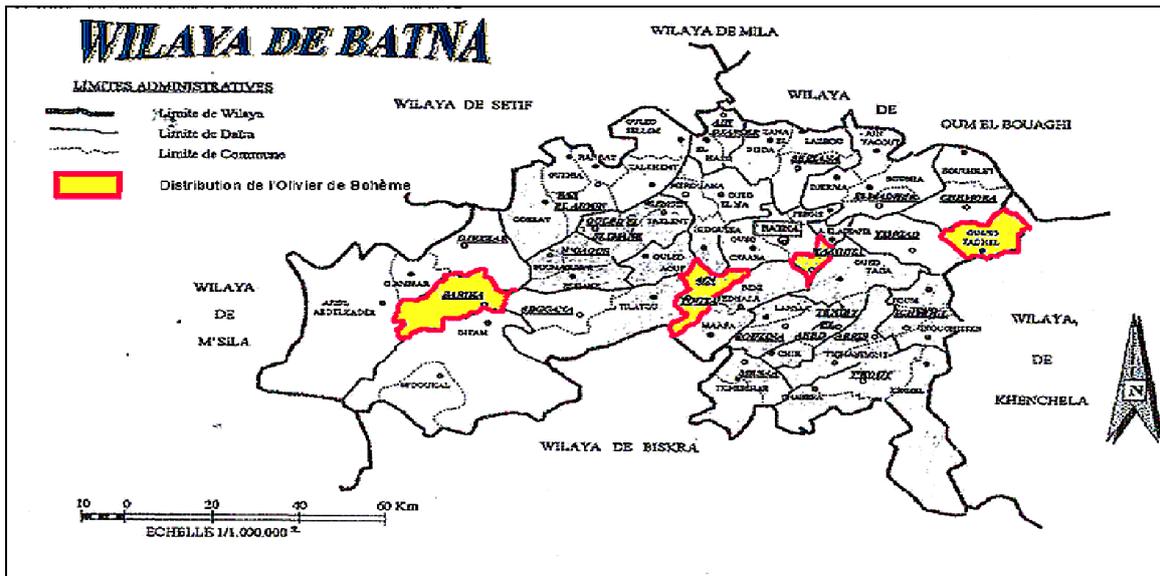


Figure 6: Répartition de l'olivier de Bohème dans la région des Aurès (DSA, 2017).

2. Composition biochimique de la partie comestible des fruits *Elaeagnus angustifolia* L.

Les fruits d'*Elaeagnus* renferment au moins 50% d'hydrates de carbones (Ayez et al., 1999).

Ils sont riches en sucres libres (fructose et glucose) qui sont un des plus importants constituants des fruits pour déterminer leurs qualités gustatives et nutritionnelles. Ils sont aussi riches en disaccharides, tels que le saccharose qui sont considérés comme les principaux sucres dans la plupart des fruits contribuant à la qualité de leurs saveurs (Ayez et al., 1999) (Tableau 4).

Les fruits *Elaeagnus angustifolia* L. contiennent les acides gras saturés : acides stéarique (C18:0) et palmitique (C16:0) ainsi qu'un acide gras insaturé : l'acide palmitoléique (C16:1) (Goncharova et al., 1990). Le fruit renferme 16,9 % d'acide palmitique (Potter, 1995). L'huile du péricarpe du fruit est prédominée par l'acide palmitoléique (16,1) (Goncharova et al., 1990).

Les fruits *Elaeagnus angustifolia* L. sont riches en protéines dont la teneur peut atteindre 10,6 % (Dzhangaliev et al., 2003). Selon Dzhangaliev et al. (2003), ces fruits sont très riches en sels de potassium et de phosphore.

Tableau 4: Composition biochimique d'*Elaeagnus angustifolia* L. (fruits) en%

Composants	Concentrations	Les auteurs
Concentration de poids sec en%		
<u>Composants sucres</u>		
Sucres	22,30±1,13	(Ayez et al.,1999)
Glucose	22,70±1,28	
Fructose	traces	
Saccharose	10,60	
<u>Protéines</u>		
		(Dzhangaliev et al., 2003)
<u>Lipides</u>		
<u>Phospholipides:</u>		
	0,8-1,2	
phosphatidylcholines	45,80	(Bekker et Glushenkova,
phosphatidylethanolamines	25,00	2001)
<u>Les polyphénols</u>		
Catechine	1,20	
Gallocatechine	0,20	(Mavlyanov et al., 2003)
Epigallocatechine	0,80	
Proanthocyanidines	1,60	
Flavonols	0,70	
∑ polyphénols	4,50	
Concentration de poids sec enmg/100g		
<u>vitamines</u>		
Caroténoïdes	9,80	(Bekker et Glushenkova,
Tocophérols	36,50	2001)
Vitamine C	22,00	
<u>acides phénoliques</u>		
Acide Benzoïque	11,60±1,20	
Acide 4-hydroxybenzoïque	45,80±0,68	
Acide Vanillique	14,70±0,81	
Acide 4-Hydroxycinnamique	18,40±1,09	
Acide Protocatechuic	28,10±0,58	(Ayaz et Bertoft, 2001)
Acide Férulique	2,30±0,18	
Acide Cafeique	32,00±0,99	

Des études phytochimiques indiquent que l'extrait aqueux du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* L. contient certains flavonoïdes, terpenoïdes et des substances cardiotoniques (Ahmediani et al., 2000).

Le fruit d'olivier de Bohême contient de l'acide L-ascorbique et de l'acide dehydroascorbique à un maximum de 22 mg/100g qui diminue avec la maturation (Bekker et Glushenkova, 2001). D'après Dzhangaliev et al (2003), ces fruits sont très riches en vitamine C, A, E et contiennent aussi des tanins.

Les polyphénols de la pulpe du fruit sont constitués majoritairement de la catéchine (1,2%),

gallocatéchine (0,2%), epigallocatéchine (0,8%), proantocyanidines (1,6%) et flavonols (0,7%) (Mavlyanov et al.,2003).

3. Différentes utilisations de l'olivier de Bohème

3.1. Utilisation alimentaire

***Le fruit** : les produits obtenus à partir du fruit sont les farines (Somon, 1985).Les fruits sont consommés en Orient et contiennent un colorant brun et une huile dite "huile sainte de la vallée de Jourdain" (Somon, 1985).

En Turquie, les fruits sont consommés durant l'hiver comme apéritif (Baytop, 1984 ; Ayaz et al.,1999). Au Kazakhstan, les fruits *d'Elaeagnus angustifolia* L. sont largement consommés à l'état frais et utilisés pour la préparation des différents assaisonnements (Dzhangaliev et al.,2003).Les fruits peuvent être utilisées dans la confection de conserve et sont consommés entre Ténès et Cherchell. Ils sont aussi utilisés pour la préparation des liqueurs et pour la fabrication des arômes de la pâtisserie.

3.2. Usages médicaux et pharmaceutiques

***Le fruit** est utilisé contre le cancer. Les fruits murs de l'olivier de Bohème ont été utilisés pour traiter la dysenterie amibienne (Gastrman ,1993). Il y a, en général, croyance que l'extrait des fruits a un effet antipyrétique (Gastrman ,1993). Le fruit est une bonne source de vitamines et de minéraux, surtout les vitamines C et E, les flavonoïdes et autres composés bioactifs. Il est aussi une assez bonne source d'acides gras essentiels qui sont assez exceptionnels pour un fruit, ce qui permet de réduire la fréquence de cancer (Sayed et al., 2005).

Une infusion du fruit a été utilisée dans la médecine traditionnelle Iranienne comme agent analgésique pour alléger la douleur de l'arthrite. Les fruits de l'olivier de Bohème sont très riches en potassium et en sodium, en plus du magnésium qui protège contre l'hypertension. Enfin, ils sont riches en fibres qui favorisent spécifiquement le bon fonctionnement du transit intestinal (Baba-Aissa, 1999). Les fruits de l'olivier de Bohème sont également riches en vitamines: A, B, C et en vitamine E, et ont des effets anti-inflammatoires (Polleti, 1988 ; Luang et al., 2006).

Ahmadani et al (2000), ont découvert que l'extrait des fruits *d'Elaeagnus angustifolia* L. a des effets anti-inflammatoires et analgésiques (effets comparables à celui du salicylate de sodium).

3.3. Autres Utilisations

D'après Aksoy et Shahin (1999), les feuilles et fruits *d'angustifolia angustifolia* L. (Elaeagnaceae) sont utilisées comme un indicateur de pollution pour des métaux lourds : Pb, Cd, Cu et Zn en "Turquie *"Kayseri"*.

CHAPITRE III :

DONNÉES SUR LES ANTIOXYDANTS

Chapitre III

Données sur les antioxydants

1. Généralités

1.1. Introduction

Les antioxydants des fruits et légumes (principalement, polyphénols et caroténoïdes) jouent un rôle important dans les propriétés organoleptiques des aliments d'origine végétale, et participent vraisemblablement à la prévention des maladies cardiovasculaires et des cancers. D'un point de vue général, un antioxydant est une molécule qui diminue ou empêche l'oxydation d'autres substances chimiques en rompant la chaîne des réactions radicalaires (Kulisic et al., 2006).

Et d'un point de vue chimique, un antioxydant n'est qu'un composé réducteur ; il va donc pouvoir réagir avec un oxydant pour le neutraliser. Les antioxydants vont alors réduire les radicaux libres en annihilant ainsi leur action. Les antioxydants sont capables de stopper les réactions en chaîne et empêchent donc la formation de molécules très réactives ou provoquent l'élimination de ces espèces avant l'endommagement des constituants de la cellule (Martini, 2004;Marie-claude,2004).

Les antioxydants exercent leur protection à différents stades de l'oxydation lipidique et par l'intermédiaire de mécanismes différents. Une distinction doit être prévue entre une courte et une longue protection de l'antioxydant par rapport à la cinétique de réaction. La classification de tous les antioxydants connus est difficile, ils sont classés généralement par leur mécanisme d'action ou par leur nature chimique (El Kalamouni, 2010).

2. Radicaux libres

2.1. Définition

Un radical libre est une molécule ou un atome ayant un ou plusieurs électrons non appariés, ce qui le rend extrêmement réactif. L'ensemble des radicaux libres et de leurs précurseurs est souvent appelé espèces réactives de l'oxygène(Vansant, 2004).

L'appellation " dérivés réactifs de l'oxygène " n'est pas restrictive. Elle inclut les radicaux libres de l'oxygène proprement dit, mais aussi certains dérivés oxygénés réactifs non radicalaires dont la toxicité est importante tel que le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), et le peroxydinitrite ($ONOO^-$) (Novelli, 1997) .

2.2. Principaux radicaux libres

- **L'anion superoxyde** : la molécule d'oxygène, mise en présence d'une quantité d'énergie suffisante, peut acquérir un électron supplémentaire et former ainsi l'anion superoxyde. Cet anion intervient comme facteur oxydant dans de nombreuses réactions.



- **Le radical hydroxyle** : OH^\bullet est très réactif vis-à-vis des structures organiques et joue un rôle initiateur dans l'auto-oxydation lipidique.

- **Le radical peroxyde** : ROO^\bullet

- **L'oxygène singulet** : O_2^\bullet , forme «excitée» de l'oxygène moléculaire, est souvent assimilé à un radical libre en raison de sa forte réactivité (Hadi, 2004).

3 .Types des antioxydants

3 .1.Antioxydants naturels

3.1.1. Antioxydants exogènes

L'alimentation est la principale source d'approvisionnement de l'organisme en antioxydants. Les antioxydants diététiques sont très variés et appartiennent à plusieurs classes chimiques très différentes. Ils peuvent être aussi bien d'origine animale (surtout les poissons) que végétale. Ainsi, les polyphénols, les acides gras insaturés, les caroténoïdes, certains alcaloïdes, certaines protéines, certaines vitamines en particulier la vitamine C et la vitamine E et certains oligoéléments en particulier le sélénium manifestent un pouvoir antiradicalaire et antioxydant important (Bouayed et al., 2007). Un régime alimentaire mal équilibré peut être une source de plusieurs maladies liées au stress oxydant, donc une bonne alimentation peut prévenir ces maladies (Delattre et al., 2005). Parmi ces différents antioxydants, les plus importants pour leur activité antioxydante sont : la vitamine C, la vitamine E et les polyphénols.

De nombreuses études ont mis en évidence des composés antioxydants dans divers végétaux (Kasuga et al., 1988) comme par exemple le romarin (Wu et Coll, 1982), la cosse de riz (Ramarathnam et al., 1989), de colza (Wanasundara et al., 1994), le gingembre (Jitoe et al.,1992), etc.

3.2. Composés phénoliques

Les polyphénols constituent un des groupes le plus nombreux et largement distribué des substances dans le royaume des végétaux, avec plus de 8000 structures phénoliques connues. Les polyphénols sont des produits du métabolisme secondaire des végétaux et présents dans tous les organes de la plante (Lugasi et al., 2003).

Ces métabolites secondaires disposent d'une extrême variété de structures et d'activités biologiques. Les activités anti-inflammatoire, antimicrobienne, antiallergique, anticancéreuse, antimutagène et antioxydante sont des activités souvent attribuées aux composés polyphénoliques

(Bouayed et al., 2007).

Les polyphénols (Figure 7) possèdent plusieurs groupements phénoliques, avec ou non d'autres fonctions (OH alcoolique, carboxyle,...). Dans cette catégorie, on trouve de nombreuses substances : les noyaux simples en C6-C1 et C6-C3, les noyaux dérivant de l'extension du phénylpropane, en C6-C3-C6 (Dubois et al., 1977).

Selon Harborne (1989), les polyphénols peuvent être divisés en au moins 10 classes différentes selon leur structure chimique de base. Ils peuvent s'étendre de molécules simples, telles que les acides phénoliques, aux composés fortement polymérisés, tels que des tannins (Lugasi et al., 2003).

Les composés phénoliques (acides phénoliques, flavonoïdes simples et proanthocyanidines) forment le groupe des composés phytochimiques le plus important des plantes (Beta et al., 2005).

3.2.1. Acides phénoliques

Ils sont contenus dans un certain nombre de plantes agricoles et médicinales (Psotová et al., 2003). Comme exemple d'acide phénolique, on cite : acide chlorogénique, acide caféique, acide protocatechique, acide vanillique, acide férulique, acide sinapique et acide gallique (Hale, 2003).

Ils sont considérés comme substances phytochimiques avec des effets prébiotiques, antioxydant, de chélation et anti-inflammatoire. Leur toxicité est faible et considérée non toxique. Pharmacologiquement, l'acide phénolique le mieux caractérisé est l'acide caféique (Psotová et al., 2003). Cet acide et l'acide férulique empêchent la formation du cancer des poumons chez les souris. L'acide gallique inhibe la formation du cancer oesophagien chez les rats (Hale, 2003).

3.2.2. Anthocyanines (Anthocyane)

Ce sont des pigments qu'on trouve dans les fruits et les fleurs et sont responsables de leur coloration rose, rouge, bleue ou pourpre. En fonction du pH, cette coloration peut varier, voire disparaître. Les anthocyanines résistent aux agents oxydants par la glycosylation fixée généralement en position 3, ainsi que par l'estérification par divers acides organiques et phénoliques. Cependant, une fois oxydés, ils finissent par se dégrader (Hadi, 2004).

3.2.3. Cyanidines

Les cyanidines qui appartiennent à la famille des anthocyanines se trouvent dans les fruits tels que les prunes et les raisins, et leur concentration est généralement proportionnelle à l'intensité de la coloration du fruit (Hadi, 2004).

3.2.4. Anthocyanidines

Ce sont des dérivés du flavylum ou 2-phényl- benzopyrylium (Figure 7). Ils portent des

fonctions phénols libres, éthers ou glycosides (Hadi, 2004).

3.2.5. Tannins

Ce sont des polyphénols polaires d'origines végétales (Berthod et al., 1999). Ils existent dans presque chaque partie de la plante : écorce, bois, feuilles, fruits et racines. Leurs poids moléculaires s'étendent de 500 à 3 000 (Cowan, 1999). Il est difficile de les séparer dans un extrait végétal, parce que de nombreux isomères avec une base moléculaire très semblable coexistent (Berthod et al., 1999).

Ils sont divisés en deux groupes, tannins hydrolysables et condensés. Ils peuvent être constitués par la condensation des dérivés flavane qui ont été transportés aux tissus du bois des plantes. Alternativement, des tannins peuvent être constitués par polymérisation des unités de quinone (Cowan, 1999).

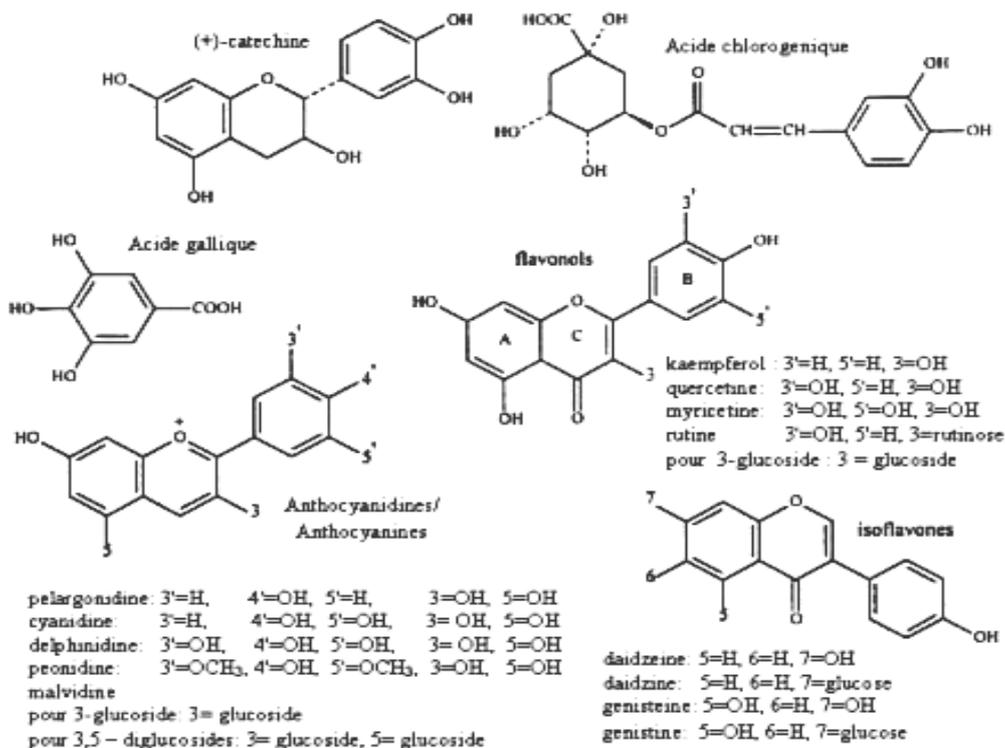


Figure 7 : Structure de quelques composés phénoliques (Wang et Mazza, 2002).

3.2.6. Flavonoïdes

Les flavonoïdes constituent un groupe de composés naturels très important (Figure 5). Ils sont présents dans toutes les plantes vasculaires et on en a identifié au moins 4000. Ils sont responsables des couleurs variées des plantes et des fruits. Ils font partie de notre alimentation et leur absorption alimentaire journalière est d'environ 1 g, loin devant la vitamine E et les caroténoïdes (Hertog et Coll., 1993).

Les flavonoïdes ont une structure basée sur le phénylchromane, un noyau pyrane accolé à un cycle benzénique, avec un substituant phényle : sur la figure 8 sont représentés les cycles A, B et C (pyrane) et la numérotation officielle des atomes de carbone (Hadi, 2004).

Plusieurs sous-groupes existent selon leur degré d'insaturation et d'oxydation du cycle pyranique : les flavanes, les flavanones, les flavones, les isoflavones, les aurones, les chalcones, etc. Quelques exemples de chacun de ces groupes sont donnés sur la figure 9 : les hydrogènes des 3 cycles sont diversement substitués par des groupements hydroxyle, parfois par des groupements méthoxylés et sont souvent glycosylés. Par exemple, si on remplace dans la quercétine l'hydroxyle en 3 par un groupement 6-O-L-rhamnosyl-D-glucose, on obtient la rutine (Hadi, 2004).

L'intérêt nutritionnel des flavonoïdes date de la découverte de la vitamine C, à la suite des travaux de Szent Gyorgyi en 1938. Le scorbut expérimental cède à l'ingestion de jus d'agrumes, mais résiste à la seule administration d'acide ascorbique. Plus pratiquement, les symptômes hémorragiques du scorbut liés à la fragilité des vaisseaux sont guéris par des extraits de Paprika et du jus de citron alors que l'acide ascorbique seul est inefficace. Les analyses chimiques ont montré que la fraction active était de nature flavonoïque (Hadi, 2004).

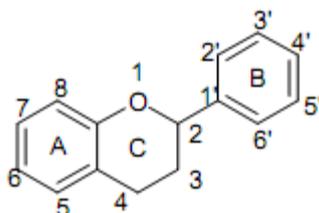


Figure 8 : Structure de base des flavonoïdes(Dacosta, 2003).

Les flavonoïdes sont des membres d'une classe des composés naturels avec l'occurrence répandue dans le règne des végétaux. Largement distribué dans les feuilles, les graines, l'écorce et les fleurs des plantes (Medić-Šarić et al., 2003), abondant dans les légumes feuilles (Marfak, 2003), présents dans les aliments de nature végétale (légumes, céréales, légumineuses, fruits,...etc.) et boissons, vin, cidre, bière, thé, cacao, etc.). Cette présence est en grande partie influencée par des facteurs génétiques et des conditions environnementales.

D'autres facteurs tels que la germination, le degré de maturité, la variété, le traitement, et le stockage ont également une influence sur la teneur des composés phénoliques des plantes (Lugasi et al., 2003).

La plupart des flavonoïdes diététiques dans les aliments sont des 3 -O glycosides et des polymères, mais peuvent également exister sous des formes aglycones (Medić-Šarić et al., 2003).

On estime que la prise moyenne des flavonoïdes par l'homme s'étend de 25 mg/ jours à 1 g/jours (Wang et Mazza, 2002).

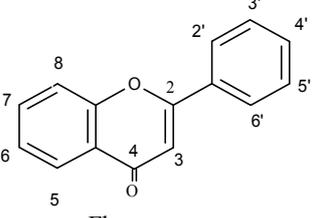
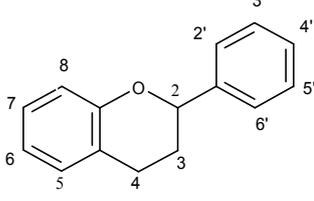
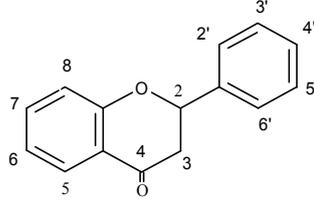
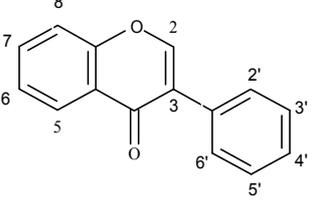
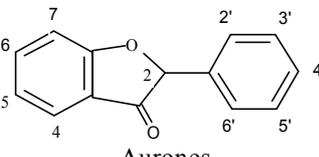
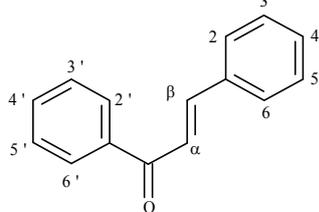
Structure de base	Substituant OH(OCH ₃)	Nom	Occurrence
 <p>Flavones</p>	3, 7, 3', 4' 3, 5, 7, 4' 3, 7, 3', 4', 5' 3, 5, 7, 3', 4' 3, 5, 7, 2', 4'	Fisétine Kaempférol Robinétine Quercétine Morine	<i>Acacia, Rhus, Schinopsis</i> <i>Afzelia</i> <i>Acacia, Robinia, Schinopsis</i> <i>Acacia, Aesculus, Quercus</i> <i>Chlorophora</i>
 <p>Flavanes</p>	3, 7, 3', 4' 3, 4, 7, 3', 4' 3, 5, 7, 3', 4' 3, 4, 5, 7, 3', 4'	Fisétinidol Mollisacacidine Catéchine Leucocyanidine	<i>Acacia</i> <i>Acacia, Gleditsia</i> <i>Acacia, Schinopsis</i> <i>Schinopsis</i>
 <p>Flavanones</p>	7, 3', 4' 3, 7, 3', 4'	Butine Fustine	<i>Acacia</i> <i>Acacia, Schinopsis</i>
 <p>Isoflavones</p>	5, 4', (7) 5, 3', 4', (7)	Prunétine Santal	<i>Prunus, Pterocarpus</i> <i>Pterocarpus, Santalum</i>
 <p>Aurones</p>	6, 3', 4' 6, 3', 4', (4) 2, 6, 3', 4' 2, 6, 3', (4')	Sulfurétine Rengasine Tétrahydroxy- benzylcoumaranone Méthoxytrihydroxy- benzylcoumaranone	<i>Pseudosindora</i> <i>Melanorrhoea, Pseudosindora</i> <i>Schinopsis</i> <i>Schinopsis</i>
 <p>Chalcones</p>	3, 4, 2', 4' 3, 4, 2', 3', 4' α, 3, 4, 2', 4'	Butéine Okanine Pentahydroxy- chalcone	<i>Acacia, Pseudosindora</i> <i>Cycliocodiscus</i> <i>Peltogyne</i> <i>Trachylobium</i>

Figure 9: Quelques flavonoïdes. Les fonctions de substitution font référence au groupe OH ou, entre parenthèses, à OCH₃ (Medić-Šarić et al., 2003).

3.3. Vitamines

3.3.1. Vitamine E

La vitamine E est un antioxydant important qui protège les cellules contre les dommages associés aux radicaux libres et par conséquent, prolonge la vie cellulaire tout en ralentissant le processus de vieillissement (Maydani, 2000) et la diminution de l'athérosclérose (Maydani, 2000). La vitamine E joue un rôle important dans l'agrégation de la β -amyloïde ($A\beta$). D'ailleurs, les données cliniques ont prouvé que les patients d'Alzheimer obtiennent des avantages remarquables au traitement par la vitamine E (Pieroni et al., 2002). Il a été déterminé que la vitamine E naturelle, semble être deux fois plus biodisponible que la vitamine E synthétique (Burton et al., 1998). La vitamine E est rencontrée surtout dans les huiles végétales, les noix et les germes de diverses graines (Vansant, 2004).

La nature et la répartition des tocophérols au sein des aliments font l'objet d'une littérature abondante. Ceci est principalement dû, d'une part à l'évolution des méthodes de dosage et d'autre part à la variabilité des teneurs dans les échantillons. Les sources alimentaires de vitamine E sont soit d'origine végétale, soit d'origine animale (Cuvelier, 2003):

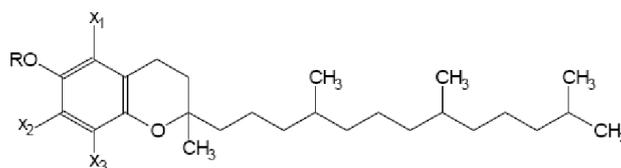


Figure 10: Structure de la vitamine E. https://www.google.dz-vitamine-e-la-formule-structurelle.html&psig=AOvVaw31o9el0nDoRp-Z_tzuOMiV&ust=1536439998861440
(Consulté le : 01/09/2015)

3.3.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont une classe de composés phytochimiques très importante, trouvés dans les légumes et fruits, également dans le lait. Les caroténoïdes empêchent les dommages génétiques, protègent contre les dommages oxydants en augmentant le métabolisme de désintoxication, empêchent l'expression des oncogènes, augmentent l'activité de communication des gap jonctions. Les exemples de caroténoïdes, incluent l'alpha carotène, bêta carotène, lycopène, phytofluène, phytoène, lutéine, neoxanthine, viloxanthine, anthéroxanthine, alpha cryptoxanthine et bêta cryptoxanthine. Leur structure polyène leur permet d'absorber la lumière et de neutraliser l'oxygène singulet. Cette chaîne polyène, par mécanisme d'addition, permet l'incorporation des espèces réactives ou radicaux libres et de ce fait ralentir leur propagation. Les caroténoïdes

sont impliqués dans la prévention de nombreux types de cancer ; cancer de la prostate ; cancer du poumon (Hale, 2003).

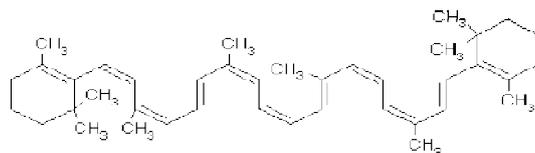


Figure 11: Structure de la provitamine A . https://www.google.dz-vitamine-a-la-formule-structurelle.html&psig=AOvVaw31o9el0nDoRp-Z_tzuOMiV&ust=1536437898861440

(Consulté le : 01/09/2015)

3.3.3. Vitamine C

La vitamine C ou acide L-ascorbique, a des propriétés antioxydants et des fonctions métaboliques importantes aussi bien chez les végétaux que chez les animaux. L'acide L-ascorbique des plantes représente de ce fait une source importante de vitamine C dans notre alimentation. L'acide L-ascorbique est abondant dans le monde végétal (1 à 5 mmol/kg dans les feuilles et 25 mmol/kg dans les chloroplastes). Elle est présente en quantité notable dans divers fruits, telle que l'argousier (*Hippophae rhamnoides*), le kiwi (*Actinidia sinensis*), la cerise du Brésil (*Acérola*), l'églantier (*Rosa canina*), etc.(Bourgeois, 2003).

La vitamine C est largement répandue dans les fruits (Vansant, 2004). Des expériences sur les rats et sur les hommes pendant 5 semaines ont été conduites pour démontrer l'influence de la vitamine C sur la protection des protéines. Après 10 et 15 semaines de traitement, les taux de carbonyles ont été significativement abaissés (Panda et al., 1999 ; Carty et al., 2000).

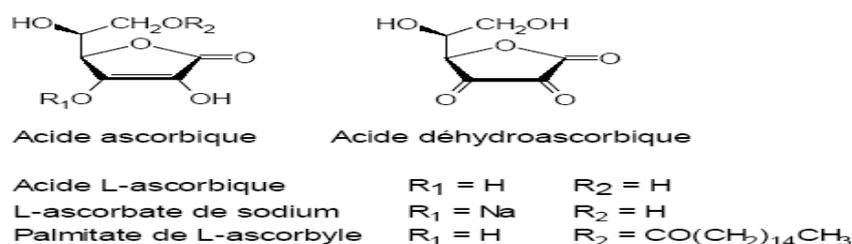


Figure 12 : Structure de la vitamine C, <https://fr.dreamstime.com/illustration-stock-formule-chimique-de-vitamine-c-image46281885>. (Consulté le : 11/08/2015)

4 .Effets des composés phénoliques sur la santé humaine

Les polyphénols ont beaucoup de fonctions, comme antimutagène, anti-inflammatoire, antiproliférative, la transduction du signal, les relations antioxydantes et synergiques avec d'autres antioxydants et donc ils sont considérés comme des agents chimiopréventifs (Cody et al., 1988 ; Yuting et al., 1990 ; Craig, 1996). Rafat et al. (1987) et Serafini

et al. (1996) ont trouvé que ces composés sont intéressants en tant qu'antioxydants en raison de leurs fonctions comprenant le piégeage des radicaux et le chélatage des métaux. Les composés phénoliques trouvés dans les plantes peuvent montrer une action anticancérigène car ils agissent comme des antioxydants (Rice-Evans et al., 1996). De plus, les polyphénols agissent comme un matériau protecteur contre le stress oxydatif et les dommages actiniques chroniques dans la peau (Purba et al., 2001).

Middleton et Kandaswami (1992), ont étudié les effets des flavonoïdes sur les fonctions cellulaires inflammatoires et ont constaté que les flavonoïdes amélioraient l'activité de système immunitaire. Ils ont également démontré un effet protecteur contre les dommages à l'ADN (Noroozi et al., 1998, Anderson et al., 2000). Dans une autre étude sur le cancer, il a été trouvé que les flavonoïdes ont permis la mort des cellules cancéreuses de la prostate en modifiant le cycle cellulaire les régulateurs (Bhatia et Agarwal, 2001).

5. Effet des méthodes de traitement sur les composés phénoliques

Plusieurs études ont été réalisées sur les effets du traitement sur les composés phénoliques totaux et composés antioxydants spécifiques. Les enquêteurs ont trouvé des résultats différents sur ce problème. Tsao et al. (2006), ont déclaré que la concentration de composés phénoliques des matières alimentaires diminuent à la suite du traitement. Des processus de surchauffe, tels que le séchage, la pasteurisation, la friture, l'ébullition et la cuisson aux micro-ondes diminuent l'activité antioxydante (Gil-Izquierdo et al., 2002, Guyot et al., 2003, Aziz et al., 1998). Selon Lee et al. (2008), ont examiné les pertes de flavonoïdes de l'oignon au cours de plusieurs traitements. Ils ont calculé la diminution de la teneur en flavonoïdes en 33%, 14-20%, 14% et 4% lorsqu'ils ont utilisé des procédés de friture, d'ébullition, de cuisson à la vapeur et micro-ondes, respectivement. Le séchage au soleil affecte également les composés phénoliques, de sorte qu'il diminue la teneur en phénols des poires de 64% (Ferreira et al., 2002). De plus, l'extension de traitement thermique a provoqué une dégradation du lycopène dans l'étude de Jacob et al. (2010). Dans l'étude de Dutra et al. (2008), il a été commenté que la stabilité du composé a été affectée par le processus de chauffage en raison de la décomposition chimique et enzymatique et la décomposition thermique était le principal mécanisme entraînant la réduction des teneurs en polyphénols.

En conséquence, de manière positive ou négative, les niveaux de teneur en composés phénoliques peuvent changer avec certains facteurs, tels que la maturation, le développement des fruits, des traitements (Maga, 1978 ; Hanna et al., 1991 ; Ayaz et al., 1997).

Dans ces situations, les composés phénoliques sont également responsables du goût sombre et désagréable des aliments.

CHAPITRE IV:

**SÉCHAGE ET
L'EXTRACTION**

Chapitre IV

Séchage et l'extraction

1. Définition, principe et objectif du séchage

« Le séchage est une opération du génie chimique qui a pour but l'élimination partielle ou totale de l'eau d'un produit humide par vaporisation, afin d'obtenir un produit dit sec, lieu qu'il continue à renfermer une certaine humidité résiduelle » (Hanna, 2002).

Dans cette opération deux phénomènes ont lieu : un transfert de chaleur vers le produit pour faciliter la vaporisation de l'eau, et un transfert de matière (en général de la vapeur d'eau) du produit vers l'atmosphère environnante. Le plus souvent l'air chaud est utilisé comme fluide de séchage apportant la chaleur évacuant l'humidité (Bimbenet, 1984).

Dans les aliments déshydratés, du fait de leur faible activité de l'eau, la plupart des réactions chimiques et enzymatiques des détériorations sont ralenties (Cheftel, 1977).

Pour les poudres de fruits souvent nous cherchons à rendre l'humidité initiale du produit aux environs 5 % par rapport à la masse sèche (Chekroune, 2009).

La déshydratation ou séchage d'un produit est l'enlèvement d'une partie ou de la totalité de l'eau qu'il renferme que le séchage s'opère par ébullition ou par entraînement c'est la pression de vapeur d'eau qui détermine les échanges entre l'air et le produit. Chaque type de séchage est caractérisé par un transfert simultané de chaleur et de matière. Tant que la surface est recouverte d'un film d'eau, il se produit un phénomène d'évaporation superficielle (Cheftel et al., 1977).

Selon Bimbenet et al (2002), le séchage est un procédé de conservation extrêmement ancien, dont l'objectif principal:

- Faciliter la conservation des produits et amortir le caractère saisonnier de certaines activités agricoles ou industrielles.
- Diminuer la masse et le volume des aliments, pour réduire leur encombrement et leur transport.
- Donner une présentation, une structure ou une fonctionnalité aux produits (flocons de purée des pommes de terre, café lyophilisé).
- Diminuer la disponibilité de l'eau dans l'aliment à un niveau n'y ai pas de développement des microorganismes.

Deux principaux problèmes techniques attachés au séchage sont:

- Risques d'altération de la qualité nutritionnelle et surtout organoleptique et rhéologique du produit traité: le séchage peut entraîner des pertes de vitamines, d'arômes (plus volatils que l'eau), des réactions de brunissement, une insolubilisation plus ou moins marquée.
- Consommation énergétique considérable: le secteur industriel global consacre environ 20 % de sa consommation d'énergie aux opérations d'élimination d'eau, le secteur agroalimentaire consacre 60 % de sa consommation énergétique au séchage. La laiterie, la sucrerie et le travail des grains réunis consomment les deux tiers de l'énergie dépensée pour industries agroalimentaires IAA (Mafart, 1996; Fellows, 2000; Bimbenet et al., 2002).

2. Cinétiques de séchage

Le séchage est une opération complexe qui met en jeu des transferts couplés de matière (d'eau essentiellement) et de chaleur, accompagnés de modifications physico-chimiques et de structure du matériau (Figure 13, 14) (Bimbenet et Bonazzi, 2003).

Le transfert de chaleur peut se faire par trois modes; la conduction, la convection et le rayonnement:

- **Conduction:** la chaleur est transférée d'un point chaud à un autre point moins chaud d'un même solide ou d'un solide à un autre juxtaposé.
- **Convection :** le transfert thermique se fait d'une part par contact de l'air sec et chaud à la surface du produit à sécher et d'autre part par contact d'une paroi chauffée à l'air. .
- **Rayonnement:** l'énergie est apportée au produit à sécher par ondes électromagnétiques et rayonnement. C'est le mode de transport de la chaleur du soleil à la terre. Les sources chaudes émettrices peuvent être soit des émetteurs au gaz combustible, soit des émetteurs électriques (Charreau et Cavallé, 2003).

La teneur en eau d'un produit peut être exprimée par rapport à la masse totale de produit (X') ou par rapport à la masse de matière sèche (X). Les relations liant X avec X' sont les suivantes :

$$X = \frac{X'}{1 - X} \qquad X' = \frac{X}{1 + X}$$

Avec, X : La teneur en eau base sèche, exprimée en kg d'eau/kg de matière sèche.

X' : La teneur en eau base humide, exprimée en kg d'eau/kg de produit.

Il est toujours préférable de travailler sur la base de matière sèche, qui seule reste constante au cours de séchage.

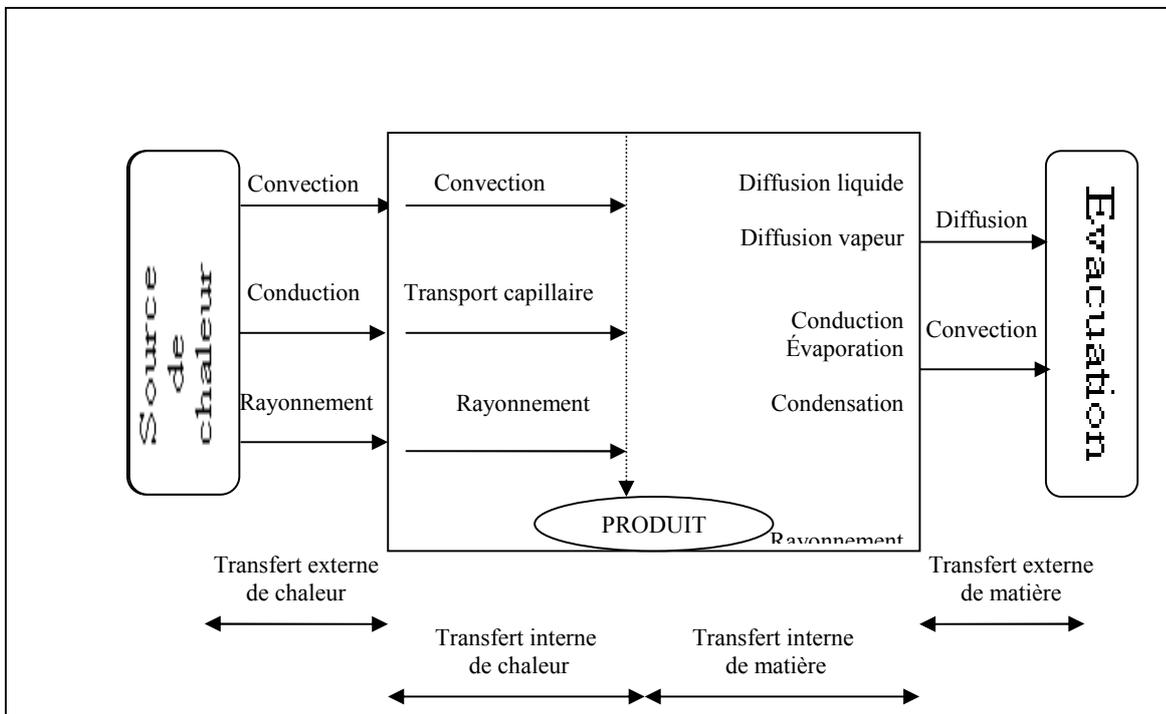


Figure 13: Représentation schématique des échanges de matière et de chaleur lors d'une opération de séchage (Bimbenet et al., 2002).

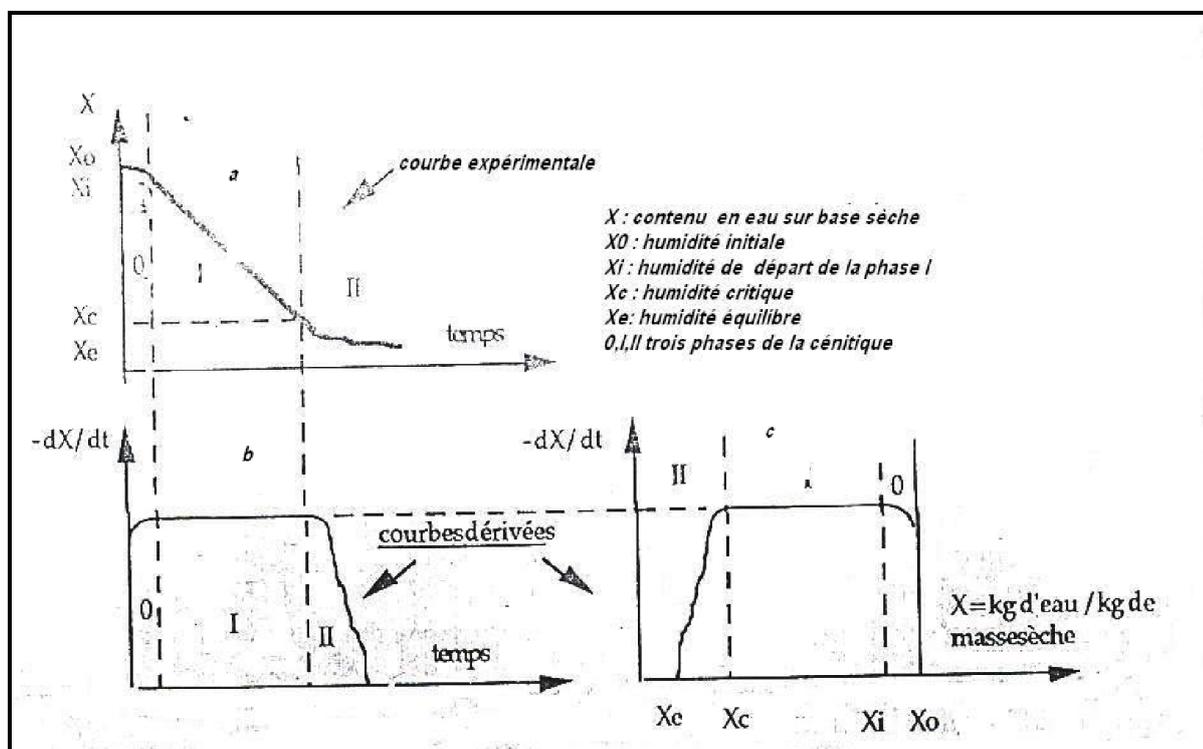


Figure 14: Essai de séchage (Bimbenet, 1984).

3. Méthodes de séchage

La déshydratation des aliments est peut-être la méthode la plus ancienne de conservation des aliments, et elle est utilisée pour les fruits, les légumes, les épices, le thé, le café, les produits laitiers, le poisson, etc. Le procédé implique l'élimination de l'eau d'un aliment, ce qui inhibe la croissance des micro-organismes et l'activité des enzymes afin d'allonger la durée de conservation du produit au-delà de la limite du temps de la matière fraîche. L'allongement de la durée de conservation d'un produit est avantageux car il permet de manipuler, transporter et consommer le produit commodément et surtout pendant les périodes non saisonnières. Une considération importante doit être faite dans le choix d'une méthode de déshydratation. Les caractéristiques du matériau frais (taille, forme, couleur, texture, contenu nutritionnel) peuvent être radicalement modifiées au cours du processus de déshydratation en fonction de la méthode choisie.

3.1. Lyophilisation

La lyophilisation, appelée autrefois cryodessiccation, est une opération de déshydratation à basse température qui consiste à éliminer par sublimation, le majeur parti de l'eau contenue dans un produit. Elle autorise une conservation à long terme grâce à l'abaissement de l'activité de l'eau du produit (Marin et René, 2000).

La lyophilisation est utilisée comme moyen de stabilisation et conservation des corps ou des mélanges fragiles de préparation aseptique et des produits biologiques (Bernard, 1975).

3.1.1. Principe physique

La lyophilisation est une méthode de déshydratation qui consiste à éliminer par sublimation, la majeure partie de l'eau contenue dans un produit. Cette opération se réalise habituellement à des faibles conditions de pression et de température (au-dessous du point triple de l'eau), et comporte principalement deux étapes: la congélation et la déshydratation.

La congélation, normalement réalisée dans un appareil différent du lyophilisateur, joue un rôle capital dans la lyophilisation, parce que la taille et la distribution des cristaux de glace formés, influencent le procédé de lyophilisation et la qualité du produit final. L'objectif de cette première étape est de congeler l'eau libre du produit, laquelle constitue dans la plupart des cas 70 à 90% de l'eau totale. En général, une congélation rapide proportionne un produit final de meilleure qualité, vu que l'on favorise la formation de petits cristaux de glace, lesquels permettront de conserver mieux la structure du produit, prévenant son effondrement pendant ou après la lyophilisation.

L'étape de déshydratation recouvre deux principes physiques:

- la sublimation des cristaux de glace formés durant la congélation (appelée déshydratation primaire),

- la désorption finale de l'eau non congelable (dénommée déshydratation secondaire) (Gutierrez Alvarez, 2007).

3.1.2. Diagramme de changement de phase de l'eau pure

La sublimation d'un corps est caractérisée par le passage direct de l'état solide à l'état vapeur, moyennement un apport de chaleur approprié (changement d'état endothermique).

S'appuyant sur le diagramme des phases de l'eau pure la zone de sublimation correspond à la zone des faibles pressions de vapeur et des faibles températures, on dit point triple (610 Pa, 0,01°C) (Figure 15).

La pression de vapeur saturante de l'eau à l'état solide est cependant suffisamment élevée pour que l'on envisage, en pratique, la déshydratation par sublimation. A partir de l'étape de congélation (congélation) qui se déroule généralement à pression atmosphérique, il sera donc nécessaire en premier lieu d'abaisser la pression de vapeur au-dessous du point triple (mise sous vide) puis, en vertu des règles de déplacement des équilibres, le passage à l'état vapeur sera favorisé par une augmentation de température (sublimation) et/ou par une diminution de la pression (la sublimation entraîne une augmentation de volume) (Marin et René, 2000).

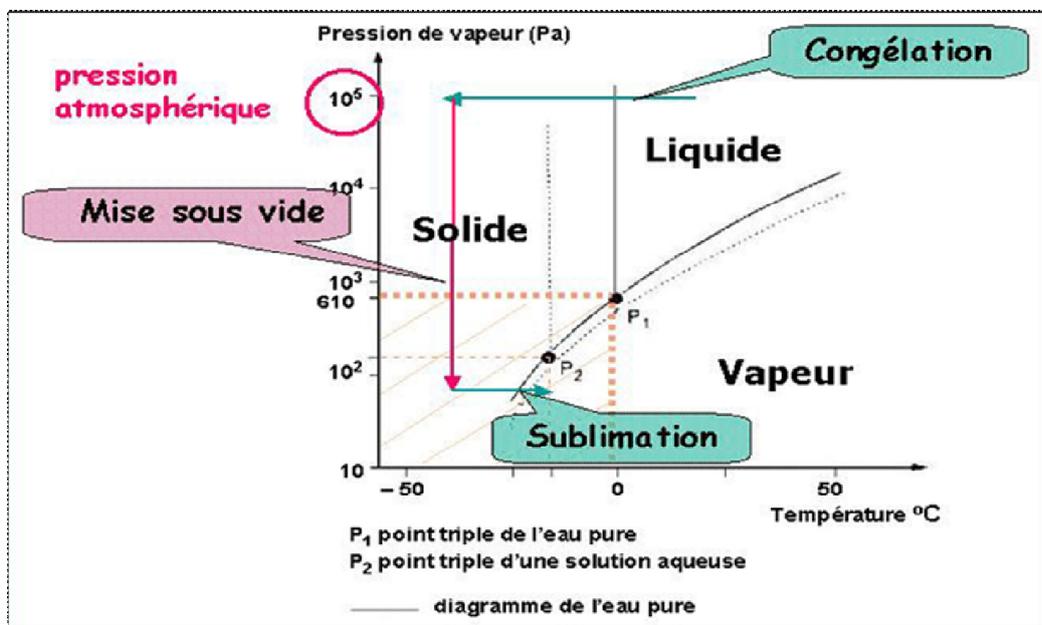


Figure 15: Diagramme d'état de l'eau pure (Marin et René, 2000)

3.1.3. Cycle de lyophilisation

D'après Mafart (1996), la lyophilisation est une opération essentiellement cyclique dont les phases sont les suivants:

- 1- prétraitement du produit ;
- 2- mise sous vide ;
- 3- sublimation (dessiccation primaire) ;
- 4- désorption (dessiccation secondaire) ;
- 5- Cassage du vide.

3.1.4. Avantages et les inconvénients de la lyophilisation

La lyophilisation comporte de nombreux avantages par rapport aux autres procédés de séchage :

La lyophilisation permet de conserver une grande partie de la qualité des aliments étant donné que ceux-ci demeurent à une température sous le point de congélation durant la sublimation. Les aliments lyophilisés en général ne nécessitent pas de réfrigération pour conserver les coûts d'entreposage et de transport des aliments lyophilisés, par exemple plusieurs aliments contenant jusqu'à 90% d'eau, seront donc 10 fois plus faibles après la lyophilisation.

Les aliments lyophilisés se réhydratent très rapidement grâce à leur texture poreuse.

Selon Marin et René(2000), les inconvénients sont :

-La lyophilisation n'entraîne pas de diminution de volume appréciable l'eau peut donc reprendre sa place facilement dans la structure moléculaire de l'aliment.

-Le développement de la lyophilisation dans les industries agroalimentaires est en revanche limité par son coût qui est supérieur à celui du séchage. Les frais d'investissement et de fonctionnement sont également élevés et en d'autres termes l'élimination requiert une dépense énergétique équivalente à celle de 8kg de vapeur, tandis qu'un séchage classique n'en consomme qu'un seul.

Il faut faire attention à la conservation des aliments lyophilisés, car ils captent l'humidité de l'air. Il faut souvent utiliser des emballages à atmosphère contrôlée.

De quoi contre carer ce phénomène. Si cet apport n'est pas fait ou est insuffisant, la température de produit lyophilisé un équilibre entre la pression de vapeur du produit, et celle de la glace sur le piège. Donc la lyophilisation s'arrête.

3.1.5. Domaines d'application

La lyophilisation ne s'applique que pour des produits ayant une forte valeur ajoutée dans les industries alimentaires, on peut citer le café, les herbes et aromate, des plats cuisinés, ou encore les ingrédients (légumes, fruits, produits de mer....) pour les soupes déshydratées instantanées. Les préparations culinaires et les céréales pour petits déjeuners notamment, les industries

pharmaceutiques (vaccins, sérums, médicaments) et des bio-industries (les vins) sont beaucoup plus fortement concernés par le procédé de la lyophilisation (Marin et René, 2006).

3.2. Séchage par *micro-ondes*

Les micro-ondes ou hyperfréquences sont des ondes électromagnétiques dont la fréquence est comprise entre 300 MHz et 300 GHz. Elles sont donc situées entre les fréquences utilisées en télécommunication et les infrarouges.

Leur étude a connu de grands progrès au cours de la seconde guerre mondiale pour la mise au point du radar. Ce n'est qu'après la guerre que l'on a vu apparaître les premières applications thermiques, notamment en agro-alimentaire.

Cependant, si le four ménager grand public a connu un incontestable succès, leur pénétration dans le milieu industriel a été beaucoup plus chaotique. En effet, si l'idée d'un chauffage à cœur est séduisante et si l'efficacité du four ménager est spectaculaire en terme de temps de cuisson, la maîtrise de l'homogénéité des températures dans un produit composite ou dans un produit dont une des dimensions est importante (plusieurs dizaines de centimètres) suppose une bonne connaissance des phénomènes électromagnétiques et une bonne maîtrise de la technologie des micro-ondes. Certaines applications se sont révélées décevantes par excès de simplicité (Berteaud et Delmotte, 1993).

Les principales fréquences autorisées dans l'industrie sont 2.45 GHz et 915 MHz (cette deuxième fréquence peut être utilisée en France depuis peu). On utilise aussi pour le chauffage de produits les hautes fréquences (3-30 Mhz). La technologie est différente mais les mécanismes physiques en jeu sont les mêmes.

De nombreux ouvrages sont consacrés aux micro-ondes et à leurs applications thermiques (Metaxas et Meredith, 1983; Thuery, 1992; Roussy et Pearce, 1995). Les principales notions nécessaires à la compréhension du sujet vont être présentées dans les paragraphes suivants.

Le séchage aux micro-ondes est très efficace pour les produits ayant une teneur inférieure à 20%. Il représente une alternative pour améliorer la qualité des produits déshydratés (Chekroune, 2009).

3.2.1. Classification des micro-ondes en bandes des fréquences en gammes de longueurs d'ondes

Selon Combes (1995), on distingue successivement (figure 16):

- Décimétrique ou ultra hautes fréquences entre **300 MHz** ($\lambda_0= 10\text{dm}$) et **3 GHz** ($\lambda_0=1\text{dm}$)
- Centimétrique ou supra haute fréquence entre **3 GHz** ($\lambda_0= 10\text{cm}$) et **30 GHz** ($\lambda_0= 1\text{cm}$)
- Millimétrique ou extra haute fréquence entre **30 GHz** ($\lambda_0= 10\text{mm}$) et **300 GHz** ($\lambda_0=1\text{mm}$).

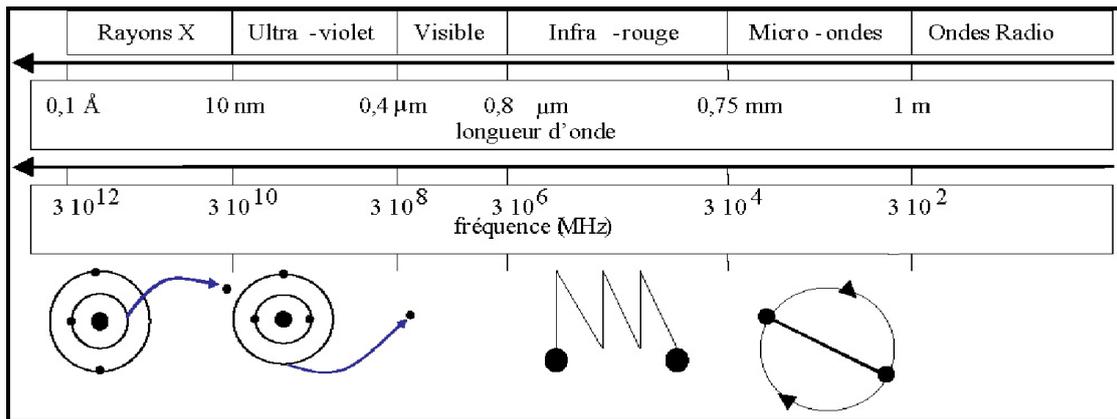


Figure 16: Spectre électromagnétique (Lucchesi, 2005).

Dans le spectre électromagnétique, les micro-ondes occupent une bande de fréquence de 300 GHz de 300 MHz. Les longueurs d'ondes associées s'étalent de 1 millimètre (mm) à 1 mètre (m) (Lucchesi, 2005).

la fréquence la plus utilisée est d' 2450 MHz correspondants à la fréquence de la majorité des magnétrons des fours micro-ondes de cuisine ayant une puissance de 600 à 1100 watts et une longueur d'onde dans l'air de 12.2cm (Lucchesi, 2005).

Les micro-ondes sont des rayonnements électromagnétiques dont les fréquences se situent entre **300 MHz et 300GHz**. L'onde électromagnétique est constituée d'un champ électrique orthogonal seul.Ce dernier à une action sur les ions et sur les molécules polaires, l'eau en particulier, en les orientant et en leur transmettant par agitation moléculaire une énergie cinétique transformée alors en chaleur. L'élévation de température provient donc des frottements entre les molécules agitées par le champ alternatif et les molécules voisines. Ces frottements seront favorisés par l'état du produit en milieu liquide l'effet sera plus sensible du fait de la facilité des molécules à se déplacer (Vachet 1993, www.casimir.org/pdf/55micro-onde.pdf. Consulté le: 10/02/2010).

3.2.2. Technologie du four à micro-ondes

D'après Lucchesi (2005), un four micro-ondes est constitué de trois éléments principaux **(figure 17):**

- Génératrice micro-onde
- Guide d'ondes
- Cavité micro-ondes.

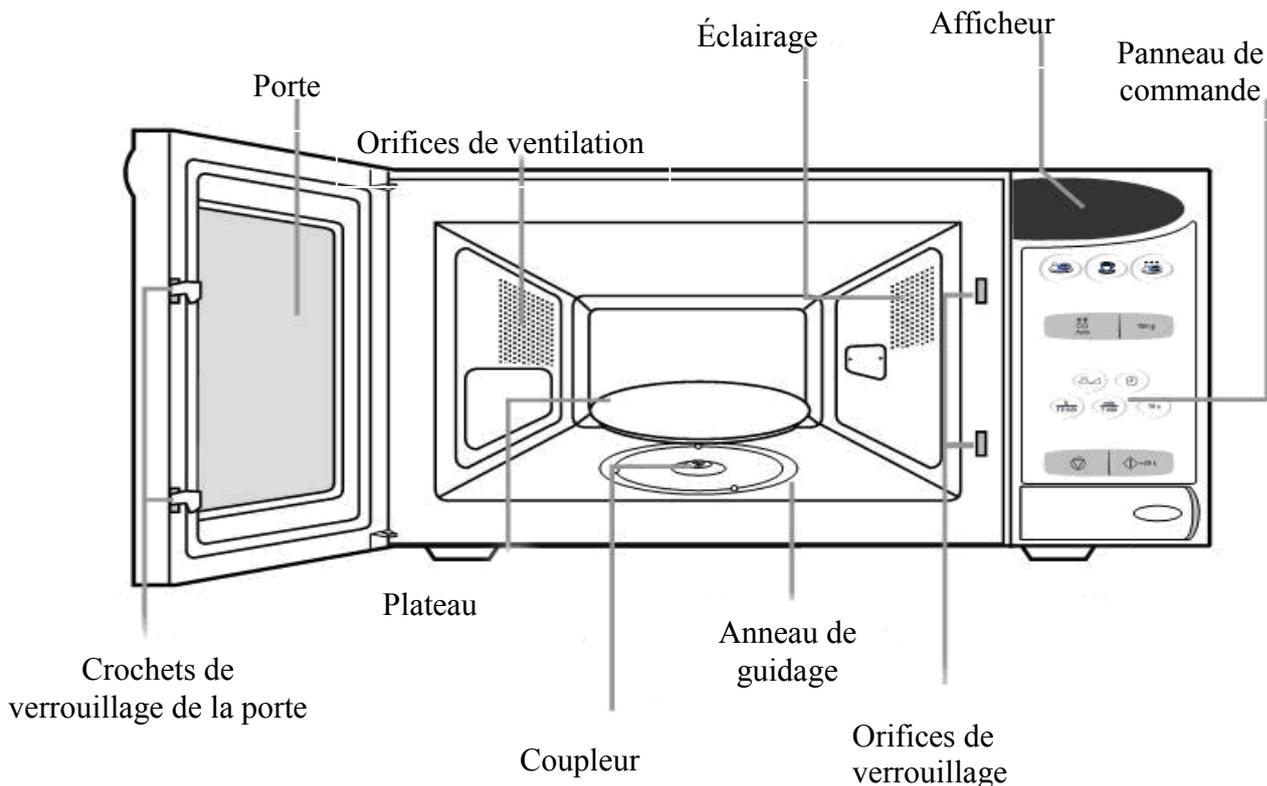


Figure 17 : Ddifférentes parties de micro-ondes domestiquer type : **GE107Y, SAMSUNG**

3.2.3. Interaction entre les micro-ondes et la matière

Les micro-ondes ont des longueurs d'onde centimétriques ou décimétriques (la longueur d'onde dans le vide de micro-ondes à 2.45 GHz est de 12.2 cm), c'est à dire du même ordre de grandeur que les dimensions des objets à chauffer ou à sécher. Il s'ensuit des profondeurs de pénétration également du même ordre de grandeur, contrairement aux infrarouges dont la profondeur de pénétration est très faible et qui est donc un mode de chauffage surfacique où la conductivité thermique va toujours jouer un rôle important. Avec les microondes, le dégagement de chaleur se fait instantanément dans le volume du produit. Le principal phénomène responsable de ce dégagement de chaleur à de telles fréquences est la polarisation par orientation dipolaire (Anizon et al., 2003).

La polarisation est le phénomène de déplacement des charges électriques positives et négatives sous l'effet d'un champ électrique. Ce phénomène existe à différentes échelles (atomique, moléculaire, zones du matériau). Avec les micro-ondes, les phénomènes prépondérants se situent au niveau moléculaire (Anizon et al., 2003).

Il faut distinguer les milieux polaires où les molécules, bien qu'électriquement neutres, sont telles que le barycentre des charges positives et négatives ne coïncident pas géométriquement et forment donc des dipôles permanents. Dans les milieux non polaires, les dipôles peuvent être induits par l'action du champ électrique (Anizon et al., 2003).

Ces dipôles s'orientent sous l'effet d'un champ électrique. Dans un champ permanent, cette orientation est fixe. Lorsque le champ est alternatif, ils subissent donc des cycles d'orientation et de

réorientation inverse. A basse fréquence, ils se synchronisent sans difficulté sur le champ. Lorsque la fréquence augmente, le phénomène de relaxation apparaît. Il se traduit par un "temps de réponse" de la molécule. Les variations du champ et les déplacements de la molécule sont alors déphasés. De plus, les "frottements" de la molécule avec ses voisines sont de plus en plus importants. Il s'ensuit une dégradation en chaleur de l'énergie électrique (Anizon et al., 2003).

➤ **Facteur de pertes diélectriques ϵ''**

Selon Anizon et al. (2003), l'aptitude d'un matériau à s'échauffer sous l'action d'un rayonnement micro-ondes est qualifiée par le facteur de pertes diélectriques ϵ'' . Les valeurs de ϵ'' pour des produits usuels à la fréquence de 2450 MHz et à une température donnée sont indiquées dans le **tableau 5**.

Tableau 5 : Constante diélectrique et facteur de pertes à 2450 MHz et à température ambiante pour différents produits (Anizon et al., 2003).

Produit	E	ϵ''
Eau distillée	72	12
Glace (-12°C)	3.2	3.10^{-3}
Méthanol	33	2.9
Éthanol	24	2.0
Hexane	1.9	5.10^{-4}

-Les produits ayant un facteur de pertes supérieur à 1 s'échauffent facilement par micro-ondes. Parmi ces composés à pertes diélectriques élevées, on peut citer l'eau à l'état liquide, les produits naturels riches en eau, des solvants polaires comme les alcools (éthanol, méthanol, etc.).

-Quand le facteur de pertes est supérieur à 0,1 environ, le chauffage par micro-ondes reste possible mais il peut nécessiter une mise en œuvre particulière. C'est le cas de solvants ou de produits peu polaires, comme l'acétate d'éthyle ou les corps gras.

-Les produits à facteur de pertes encore plus faible ne se prêtent pas au chauffage par micro-ondes : des gaz, des métaux, car ils réfléchissent les micro-ondes, des solvants polaires comme l'hexane.

Les propriétés diélectriques sont les paramètres pertinents de l'apport de chaleur par micro-ondes puisqu'ils décrivent la répartition du champ électrique dans le matériau et la puissance micro-onde absorbée (Anizon et al., 2003).

Les principales grandeurs dont dépendent les propriétés diélectriques sont

- La fréquence
- La teneur en eau
- La température

- La densité (Anizon et al., 2003).

➤ *Eau et diélectriques aqueux*

Du fait de sa configuration asymétrique, la molécule d'eau présente une polarité exceptionnelle, qui en fait le matériau idéal pour le chauffage par microondes.

Les deux atomes d'hydrogène forment un angle de 105 ° dont le sommet est l'atome d'oxygène. La distance OH est de 0.096 nm. Le moment dipolaire résultant dirigé suivant la bissectrice de l'angle HOH, est estimée à $0.62 \cdot 10^{29}$ C.m (Anizon et al., 2003).

3.2.4. Avantages et les inconvénients des micro-ondes

Selon Vachet (1993), les avantages qu'on reconnaît aux micro ondes sont:

- l'obtention de qualités particulières par son effet de chauffage volumique du produit (par exemple ; la réduction du croutage en surface ou la modification de porosité) ;
- La propriété par l'absence d'un vecteur matériel de transfert de chaleur ;
- L'absence d'inertie thermique
- La facilité de régulation propre à l'électricité ;
- Une densité de puissance thermique élevée permet de réduire la taille des appareils.

Les inconvénients les plus apparents proviennent:

- des risques de surchauffe du produit à sécher s'il s'avère sensible aux micro-ondes ;
- De la limitation en puissance thermique (environ 100 KW actuellement) ;
- Des coûts d'investissement et de maintenance encore élevée (durée de vie des sources micro-onde voisine de 5000 heures =6 mois) ;
- Des risques de condensation de bué sur les parois froides du sécheur

3.2.5. Application du micro- onde dans l'industrie agro- alimentaire

Chauffage industriel et domestique (fours à micro- ondes)

Le séchage des produits alimentaires par microondes a fait l'objet de nombreuses études. Ces dernières ont concerné essentiellement les cinétiques de séchage, la combinaison des microondes avec d'autres processus de séchage tels que l'air, la lyophilisation , le vide..., et la modélisation du chauffage et du séchage par micro-ondes (Hill, 1996 ;Klima, 2006).

Le séchage aux micro-ondes est très efficace pour les produits ayant une teneur en eau inférieure à 20 %. Il représente une alternative pour améliorer la qualité des produits déshydratés.

Les micro-ondes peuvent être appliquées seules ou alors combinées au séchage, lorsqu'une faible teneur en eau est présente dans l'aliment, car le séchage conventionnel nécessite alors beaucoup de temps, mais par micro-onde elle réduit considérablement le temps de séchage.

Exemple : séchage final de pomme de terre « Chips » (Chekroune, 2009).

Déshydratation

Déshydratation sous vide par micro-onde des produits sensibles pour l'obtention de poudre et cristaux parfaitement réhydrater, température de fonctionnement faible +30°C temps de passage rapide parfaite conservation des propriétés organoleptiques originales des produits lyophilisés (Bernard, 1975).

Lyophilisation

Les micro-ondes peuvent être mis à profit pour réduire la durée de la lyophilisation ; en effet les micro-ondes traversent facilement sans produire de réchauffement, la couche sèche extérieure qui au cours de la lyophilisation, comme on le sait une résistance notable au transfert de chaleur par conduction (Bernard, 1975).

Pasteurisation et stérilisation

Des procédés faisant appel au chauffage par micro – ondes ont été suggérés également pour la pasteurisation ou la stérilisation d'aliment conditionné en sachets plastiques hermétiquement clos .Les micro-ondes traversent en effet les matières plastiques et le verre (tandis qu'elles sont réfléchies par les métaux, ce qui permet de les guider) (Chaftel et al., 1977).

Tempérage

Tempérage consiste à ramener un produit congelé (- 25 à - 18°C) à une température légèrement inférieure à 0°C (- 4 à - 2 °C). Des opérations de mise en forme sans décongélation sont alors possibles (Anizon et al., 2003) .

Décongélation

La réglementation exige qu'elle s'effectue à une température comprise entre 0 et +4°C dans un local à l'abri des souillures et/ou des contaminations. Dans ce cas les hautes fréquences sont mieux adaptées que les micro-ondes, car elles permettent d'obtenir une meilleure homogénéité de traitement (www.casimir.org/pdp/55micro-onde.pdf consulté 10/02/2015).

Extraction des huiles essentielles sans solvant assistée par micro-ondes

Les nouvelles technologies telles que les extractions par les fluides supercritiques ou par micro-ondes, plus sophistiquées sont désormais mise à contribution à fin de pouvoir obtenir des extraits aromatiques d'origine végétale de qualité accrue et dans des délais plus courts par rapport à ceux des techniques traditionnelles (Lucchesi, 2005).

Séchage par micro-ondes

L'idée d'utiliser les micro-ondes pour le séchage est très séduisante. C'est un mode de séchage volumique, on s'affranchit donc des résistances aux transferts de chaleur externes et internes et on peut espérer des gains de temps. De plus, les micro-ondes chauffent spécifiquement les zones les plus humides du produit.

A pression atmosphérique, le séchage par micro-ondes est couplé à un séchage convectif, au moins dans le but d'évacuer la vapeur d'eau produite. De ce fait, le coeur du produit est souvent plus chaud que la surface. Ceci est particulièrement intéressant, car le profil de température est inversé par rapport aux procédés classiques et se trouve donc dans le même sens que le profil d'humidité, ce qui est favorable aux transferts de matière.

De nombreux travaux ont été consacrés au séchage par micro-ondes. On trouvera dans la bibliographie de la thèse de Constant (1992) un exposé assez complet de l'ensemble de ces travaux qui renvoie vers de nombreuses références. Ces études ont en général été menées sur des matériaux et des installations très variés, avec des objectifs divers, et il n'est pas toujours facile de mettre en lumière des comportements généraux.

On peut néanmoins mettre en évidence un certain nombre de caractéristiques et de préoccupations communes que nous énumérons ci-dessous :

- la manière de décrire le terme source est souvent discutée,
- l'apport de micro-ondes entraîne une accélération nette des cinétiques de séchage et ceci est lié à une forte augmentation des températures internes,
- par rapport à la cinétique classique à trois phases, il existe souvent une phase spécifique où le séchage est particulièrement rapide. L'origine physique et les manifestations de cette phase spécifique sont variées,
- il est en général possible de trouver des cycles bien choisis d'apport des micro-ondes permettant des réductions de consommations d'énergie ou des gains en qualité.

4. Impact économique

De nombreux facteurs doivent être pris en considération lors de la sélection d'une méthode de cuisson, notamment la forme physique du produit, la qualité souhaitée du produit final, la sensibilité thermique du produit, le taux de production du produit requis et l'efficacité énergétique du séchage (Sztabert et Kudra, 1995). Ces facteurs contribuent à l'impact économique d'une méthode de séchage particulière pour le fabricant d'aliments. Le coût du séchage des produits alimentaires est une préoccupation majeure pour les fabricants de produits alimentaires. Estimer le coût des méthodes de séchage est une tâche difficile car il y a de nombreuses variables impliquées. Le coût en capital du séchoir lui-même varie en fonction de la taille du séchoir, du matériau de construction, et du coût d'un contrôleur d'accompagnement, qui peut inclure un ordinateur avec un logiciel spécialisé. L'indice Marshall et Stevens est un outil utilisé pour ajuster le coût actuel de l'équipement de séchage aux États-Unis sur la base des valeurs de référence de 1926. Cependant, la meilleure estimation du coût en capital doit être obtenue directement auprès des fabricants d'équipement. Le coût en capital d'investir dans un nouveau système de séchage va au-delà du coût en capital du séchoir lui-même.

Lorsqu'un séchoir est installé dans une usine de traitement, il est important de tenir compte de l'espace requis, du coût de la rénovation du bâtiment, de la nouvelle tuyauterie ou du câblage, ainsi que des installations de service et d'entreposage supplémentaires. Un autre défi pour calculer une estimation précise des coûts d'une nouvelle méthode de séchage est l'effet de l'inflation économique sur le coût de l'équipement de séchage (Sztabert et Kudra 1995).

Il y a plusieurs coûts d'exploitation associés à l'estimation du coût du séchage. Celles-ci comprennent la dépréciation du ciryer, des bâtiments, des entrepôts ou d'autres installations utilisées pendant l'exploitation, le coût de l'énergie et d'autres services publics, les coûts d'entretien et le type et la quantité de main-d'œuvre nécessaire pour faire fonctionner l'équipement. Avec les coûts d'investissement et d'exploitation, le taux du produit devrait être pris en compte dans l'estimation des coûts (Sztabert et Kudra 1995).

5. Facteurs de l'extraction des composés phénoliques

L'extraction est un processus de séparation des substances d'une matrice. C'est la plus importante étape dans l'obtention de composés phénoliques. Il y a plusieurs façons d'extraction de composés phénoliques, tels que le chauffage à reflux, micro-ondes, macération et extractions supercritiques. Ces méthodes d'extraction affectent l'extrait à la fois par la quantité et la qualité.

Le processus d'extraction d'un composant désiré d'un solide utilisant une phase liquide dépend de la combinaison des principes de transfert de masse avec l'équilibre de phase des relations. L'extraction de phytochimiques à partir de matériel végétal, en utilisant des solvants, constitue une étape importante qui définit le rendement de l'ensemble du processus. Le transport d'une espèce particulière peut être dû à une diffusion moléculaire aléatoire ou aléatoire, mouvement fluide microscopique (diffusion turbulente) résultant d'un gradient de concentration entre les deux phases ou dans une phase. Gertenbach (2001), a énuméré les facteurs qui affectent du transfert de masse et le taux d'extraction des composés phytochimiques: composition du solvant, taille des particules, rapport solvant / solide et température. Les solvants sont utilisés pour dissoudre les solides organiques pour une grande variété de processus.

La sélection d'un solvant adéquat est essentielle pour de nombreux processus. Un choix particulièrement bon de solvant aide à améliorer la qualité du produit, permet un processus de fabrication plus simple ou plus robuste, ou simplifie la technologie nécessaire pour atteindre les objectifs en matière d'environnement, de santé et de sécurité(Chua,2013).

5.1. Extraction par un chauffage à reflux

Il s'agit d'une méthode classique d'extraction (Chua,2013),largement utilisée à partir d'échantillons de plantes, qui est nécessite peu de matériel. Cependant, le rendement obtenu

pourrait être plus faible à cause de l'ionisation, de l'hydrolyse et de l'oxydation après une longue durée d'extraction.

Toutefois, un plus grand volume de solvant peut dissoudre les composés phytochimiques plus efficacement qu'un procédé d'extraction avec une quantité de solvant moindre. Le solvant peut en effet diffuser facilement dans la matrice végétale, et les composés phytochimiques peuvent également diffuser avec le solvant à l'extérieur de la matrice avec moins de limitation de transfert, de masse, ceci comme l'extraction repose sur un processus de dissolution-diffusion (Chua,2013).

L'extraction par un chauffage à reflux est l'une des méthodes conventionnelles les plus applicables en extraction études. Dans cette méthode, l'échantillon et le solvant sont placés dans un ballon à fond rond. Une chaude plaque chauffe le solvant. Après l'évaporation du solvant, la vapeur de solvant se condense dans le condensateur et retourne dans le ballon. En d'autres termes, le solvant est chauffé au reflux (Chua ,2013).

Le choix du solvant est un facteur important pour la réussite du procédé d'extraction, en particulier liquide-solide. Il est préférable de choisir un solvant à polarité proche de la polarité du composé à extraire, c'est pourquoi pour l'extraction de polyphénol, un solvant alcoolique polaire tel que l'éthanol ou le méthanol est utilisé. L'éthanol est souvent préféré puisque non toxique (Chua,2013) .

La température et le temps d'extraction sont les autres facteurs pris en compte lors de l'extraction par chauffage à reflux. Une température élevée augmente le processus de transfert de masse. Toutefois une température trop élevée pourrait dégrader les molécules de rutine, celles-ci étant sensibles à la chaleur. Il est souvent plus efficace de réaliser de multiples extractions successives au lieu d'une extraction en une seule étape. En effet, la quantité de rutine tend à diminuer de façon proportionnelle à la longueur du temps d'extraction, tout particulièrement quand l'extraction se fait à haute température. Les premiers cycles d'extraction ont généralement un meilleur rendement que les suivants. En effet les deux premiers cycles couvrent en général plus de 90% du rendement total. Ainsi la réalisation d'extractions successives permet d'obtenir un meilleur rendement(Chua,2013) .

L'extraction conventionnelle a l'avantage d'être bon marché en termes d'équipement.

Cependant, il est prouvé par beaucoup d'études que la méthode conventionnelle prend beaucoup de temps. Par exemple, Proestos et Komaitis (2008), ont montré dans leur étude une comparaison entre l'extraction conventionnelle et l'extraction par micro-ondes. L'extraction à long terme augmente le coût énergétique. Par conséquent, à long terme, ce n'est pas une méthode très économique.

En outre une forte dégradation des composés et une faible efficacité d'extraction des huiles essentielles pendant l'extraction ont été exprimées par Ferhat et al. (2007).

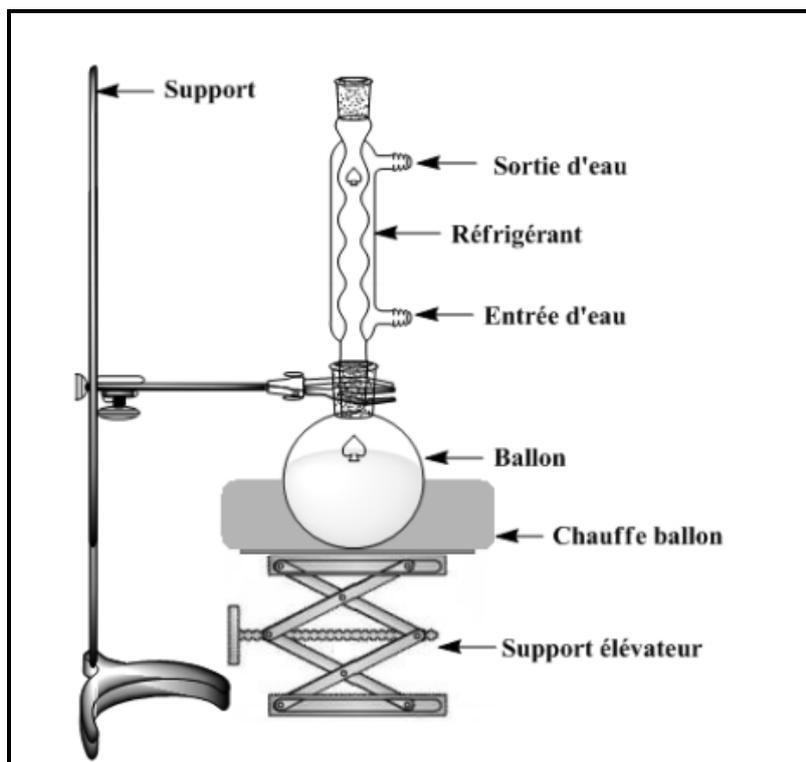


Figure 18 : Montage d'un système de chauffage à reflux (Proestos et Komaitis,2008)

5.2. Extraction par des micro-ondes

Ces dernières années, de nouvelles techniques d'extraction sont devenues très populaires dans les domaines composés phénoliques, volatils et non volatils, en raison de leurs avantages ceux conventionnels. Ils sont préférés en raison de la diminution des temps d'extraction, et les économies d'énergie (Decareau, 1985) .

L'extraction par micro-ondes est l'une des méthodes de traitement les plus couramment étudiées qui est utilisée pour chauffer les échantillons de solvant et solides par l'énergie des micro-ondes, ainsi les composés sont lessivés et diffusent dans le solvant. Cette méthode peut être une alternative à l'extraction conventionnelle. La différence de cette technique est son mécanisme de chauffage qui se produit de deux façons, à savoir la migration ionique et la rotation des dipôles.

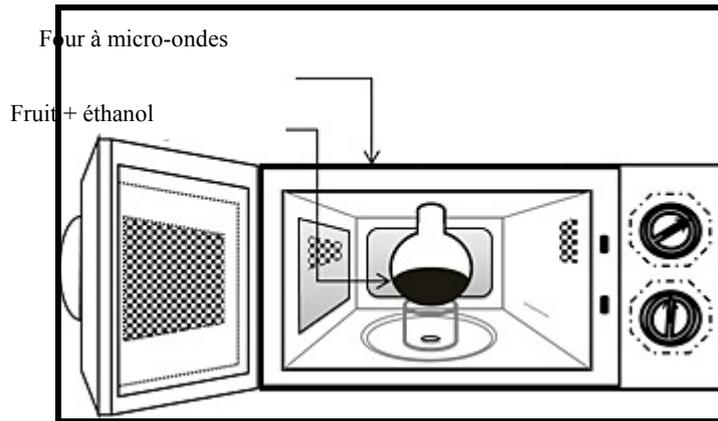


Figure 19 : Dessin d'extraction par micro-ondes(Sahin et Sumnu, 2006).

Ces deux effets de chauffage des micro-ondes améliorent la récupération du produit. La migration ionique est le mouvement des ions dans le champ électrique des micro-ondes (Sahin et Sumnu, 2006). Ce principe de chauffage prédomine notamment s'il y a des ions dans le solvant, par exemple si le solvant est de l'eau salée. Les molécules polaires, telles que les polyphénols et les solvants polaires créent un mouvement dipolaire, en d'autres termes arranger eux-mêmes dans le domaine. La température du solvant augmente par rotation dipolaire de solvant dans le domaine des micro-ondes. À la suite de l'augmentation de la température dans le solvant, la solubilité des composés cibles qui vont être extraits augmente (Gfrerer et Lankmayr,2005) ,Venkatesh et Raghavan (2004) ,ont conclu que le augmentation de la température et le processus d'extraction rapide sont le résultat des mouvements dipolaires dans extraction par micro-ondes. En outre, l'absorption de l'énergie micro-ondes par le matériel végétal il en résulte un gradient de pression élevé dans la plante. Le chauffage interne et la pression accélèrent la diffusion des composés phénoliques échantillon dans le solvant.

L'un des avantages les plus importants de l'utilisation de micro-ondes est son uniforme et mécanisme rapide de chauffage. Contrairement au chauffage conventionnel, la chaleur est générée dans le matériau et le matériau entier sont chauffés presque à peu près au même rythme. De plus, le micro-onde est un procédé d'économie d'énergie. Selon le Centre de l'énergie du Wisconsin, les avantages des micro-ondes comprennent: «Efficacité énergétique de 50% (10% à 30% pour les procédés au carburant). "Selon la California Energy Commission, "Les fours à micro-ondes consomment environ 50 à 65% moins d'énergie que les fours conventionnels".

Un autre avantage du four à micro-ondes pour l'utilisation dans l'industrie est son espace au sol qui est 20-30% moins que les unités conventionnelles. De plus, il n'y a pas de temps supplémentaire exigence d'échauffement et de récupération; il a un principe d'instant on et off. L'efficacité de l'extraction par micro-ondes dépend de certains facteurs. Puissance micro-ondes et le

temps d'extraction sont deux de ces paramètres (Egizabal et al., 1998, Kaufmann et al., 2001). De plus, les propriétés des matériaux déterminent l'efficacité de micro-onde chauffage. Par conséquent, le choix du solvant est très important dans les micro-ondes extraction.

Proestos et Komaitis (2008), ont ajouté la solubilité, la constante diélectrique et le facteur de dissipation du solvant à cette liste de paramètres indépendants. Le solvant doit avoir la capacité à résoudre les composés phénoliques. Depuis, les composés phénoliques contiennent des groupes OH dans leurs structures; ils peuvent être plus solubles dans les solvants polaires. Cet résultat était également confirmée par Wang et al (2008). La constante diélectrique (ϵ) du solvant, qui est un paramètre qui montre la capacité d'absorption des micro-ondes, doit être élevée de sorte qu'il peut absorber plus d'énergie micro-ondes. Ce terme est complété par un autre terme, appelé facteur de perte diélectrique (ϵ), qui correspond à l'efficacité de l'absorbé énergie convertie en chaleur. Le facteur de dissipation ou perte tangente (δ), qui est un autre paramètre d'un matériau diélectrique. Kok et Boon (1992) décrivent le facteur de dissipation comme «la capacité d'un échantillon à absorber l'énergie micro-ondes et dissiper ce énergie sous forme de chaleur ». Autrement dit, un facteur de dissipation élevé signifie plus élevé absorption d'énergie micro-ondes et taux de chauffage plus élevé. Il peut être défini comme :

$$\tan \delta = \epsilon / \epsilon$$

Toutes ces propriétés du solvant sont efficaces pour l'absorption des micro-ondes. Conformément à cette formule, bien que l'eau ait un haut diélectrique constante, puisque son facteur de dissipation est faible; son taux de chauffage peut être inférieur par rapport à d'autres solvants.

Certains compositions polaires, tels que l'eau, le méthanol, l'éthanol, l'acétonitrile et l'acétone sont utilisé comme solvant dans l'extraction par micro-ondes. Les propriétés diélectriques de certains solvants qui sont utilisés dans les méthodes d'extraction sont présentées dans le tableau 5.

Choisir le solvant approprié pour l'extraction de polyphénol affecte sur le contenu phénolique d'extrait (Xu et Chang, 2007). L'éthanol est un bon solvant pour l'extraction de composés phénoliques, car il est sans danger pour la consommation humaine (Shi et al., 2005).

Parmi ces solvants, le méthanol et l'acétone ne conviennent pas à l'extraction de la nourriture, le méthanol est dénommé un alcool toxique par l'Institut national de la sécurité et la santé au travail et l'acétone sont décrites comme des substances toxiques et des maladies.

L'autre facteur qui peut avoir un impact sur l'extraction des composés phénoliques est le rapport solvant/solide. L'augmentation de ce rapport améliore les rendements phénoliques (Cacace et Mazza, 2003; Pinelo et al., 2005a). Cependant, afin de trouver une valeur optimale, il devrait être

équilibré dans le solvant. Si le rapport solide-solvant est moindre, le souci doit être la saturation de la solution. Si le rapport solide-solvant est élevé, le coût d'extraction devient élevé (Pinelo et al., 2006).

La taille des particules de l'échantillon est l'autre paramètre qui est efficace lors de l'extraction phénolique. Le rendement des composés phénoliques augmente avec la diminution de la taille des particules (Pinelo et al., 2005b ; Nepote et al., 2005).

Les traitements mécaniques, agitations excessives, etc., accélèrent l'extraction des polyphénols (Ough et Amerine, 1960 ; Singleton et Esau, 1969).

Il existe une quantité respectable d'études sur l'extraction par micro-ondes dans la littérature. Des composés bioactifs, en particulier des composés phénoliques et des huiles essentielles ont été efficacement extraits de divers matériaux alimentaires en utilisant l'énergie micro-ondes. Le point commun de toutes ces études est que ces études ont démontré les avantages de micro-ondes par rapport à d'autres méthodes d'extraction. Par exemple, Nkhili et al. (2009), ont étudié l'extraction des polyphénols du thé vert. Ils ont comparé l'extraction par micro-ondes et conventionnelle et ont trouvé que l'extraction par micro-ondes plus avantageux en termes du temps, consommation d'énergie et aspects environnementaux. De plus, ils ont trouvé aussi une teneur élevée en polyphénols (Wang et al., 2008).

Dans la littérature, il existe des publications sur l'extraction par micro-ondes de composés phénoliques composés de graines de raisin et de grenade (Hong et al., 2001; Abbasi et al., 2008). Du et al (2009) ont réalisé des études sur l'extraction de polyphénols des plantes médicinales en utilisant des micro-ondes et des solvants ioniques.

Selon Spigno et Faveri (2009), ont montré que l'extraction par micro-ondes des polyphénols est moins du temps et d'économie à la fois dans la consommation d'énergie et de solvant. Dans la même année, Hayat et al (2009), ont étudié l'extraction d'acide phénolique à partir de pelures de mandarine en utilisant les micro-ondes et ont trouvé des résultats similaires. Dans leur étude, l'extraction par micro-ondes a donné plus d'acide phénolique et activité antioxydante par rapport à l'extraction rotative. Le temps optimal d'extraction a été trouvé aussi court que 49 secondes.

CHAPITRE V:

**PROPRIÉTÉS
FONCTIONNELLES**

Chapitre V

Propriétés fonctionnelles

1 .Propriétés fonctionnelles

1.1. Introduction

Le terme «**Propriété Fonctionnelle**» appliqué aux ingrédients alimentaires est défini comme toute propriété non nutritionnelle influençant l'utilité d'un ingrédient dans un aliment. Les diverses propriétés vont contribuer pour aboutir aux caractéristiques désirées de l'aliment (Fennema, 1996).

Les propriétés fonctionnelles occupent une place cruciale dans le monde alimentaire. Il s'agit des propriétés des constituants alimentaires qui confèrent aux aliments, selon les conditions physicochimiques qui prévalent, des comportements ou fonctions caractéristiques comme par exemple la solubilité, la capacité moussante, liante, émulsifiante, etc. (Fennema, 1996).

Les protéines sont les constituants alimentaires le plus souvent impliquées dans les propriétés fonctionnelles. Elles favorisent la formation des mousses (blanc d'œuf) de structures viscoélastiques (gluten du blé) ou d'émulsion (jaune d'œuf) (Linden et Lorient, 1994).

Les phospholipides jouent également un rôle aussi important que les protéines. Autres constituants alimentaires présentent d'importantes propriétés fonctionnelles. C'est le cas de l'amidon en raison de son pouvoir liant et gélifiant (Martin, 2011).

Les propriétés fonctionnelles des protéines et des polysaccharides sont souvent très bien caractérisées ce qui n'est pas le cas pour leurs propriétés en mélange. Les propriétés fonctionnelles sont les propriétés physiques ou physico-chimiques qui ont une incidence sur le comportement sensoriel de celles-ci dans les systèmes alimentaires pendant les transformations technologiques, les préparations culinaires, la conservation et la consommation (Linden et Lorient, 1994).

1.2. Définition

Les propriétés fonctionnelles sont définies comme étant l'ensemble des propriétés physicochimiques internes d'un ingrédient qui auront incidence sur le comportement de celui-ci dans les systèmes alimentaires lors de la production, l'entreposage et la consommation (Farooq et Boye 2011). Les composants biochimiques, tels que les protéines, l'amidon et les fibres alimentaires, jouent un rôle essentiel dans la détermination des propriétés techno-fonctionnelles d'une matrice alimentaire.

1.3. Nature des liaisons et forces mises en jeu dans les propriétés fonctionnelles

Ces propriétés sont en générale classées selon :

-**Les comportements de l'ingrédient vis-à-vis de l'eau** qui met en jeu surtout des interactions hydrogène et de Van Der Waals : des interactions ioniques sont impliquées aussi lors de la solvation des groupes ionisables.

- **Les interactions des macros molécules entre elles** (propriété de structuration par association intermoléculaires ioniques, hydrophobes ou covalentes.

- **Les interactions avec les molécules peu polaires**

Ou avec une phase gazeuse (propriété aux interfaces, formation des systèmes poly dispersés). Les interactions et forces mises en jeu interviennent donc entre soluté et solvant (eau) ou entre solutés selon le niveau de concentration du soluté dans le solvant. On conçoit ainsi que l'équilibre entre ces deux types d'interaction sera influencé par l'encombrement des molécules de soluté qui dépend lui-même de la concentration de leur état d'association (microstructure) (Linden et Lorient, 1994).

1.4. Classification des propriétés fonctionnelles

La fonctionnalité des protéines est le résultat d'interactions moléculaires de ces dernières avec leur environnement (autres molécules, pH, température...). Ces propriétés sont généralement classées en 3 groupes :

- **propriétés d'hydratation** qui regroupent les relations de la protéine avec l'eau : cela recouvre les propriétés d'absorption, de rétention, de mouillabilité, de gonflement, d'adhérence, de dispersion, de viscosité....
- **propriétés de structuration** qui regroupent les propriétés d'interaction Protéine-Protéine : cela recouvre les phénomènes de précipitation, de coagulation, de gélification....
- **propriétés de surface** qui regroupent les propriétés d'interaction des protéines avec d'autres structures polaires ou apolaires en phase liquide ou gazeuse : cela recouvre les propriétés émulsifiante et moussante (Linden et Lorient, 1994).

Ces propriétés dépendantes de la température, du pH et de la force ionique, de même que de la présence d'autres composés dans le milieu: protéines, lipides, hydrocolloïdes, sucres, calcium ou autres ions (Morr et Ha, 1993 ; Burrington, 1998 ; De Wit, 1998).

La caractérisation des propriétés fonctionnelles s'effectue à plusieurs niveaux :

- mesures précises des propriétés physiques ou physico-chimiques (viscosité, solubilité, tension de surface...) sur des molécules isolées et, ensuite extrapolation à un milieu plus complexe.

- mesures intermédiaires sur un ensemble de constituants qui servira à la fabrication du produit final (capacité de stabilisation d'une mousse ou d'une émulsion.).
- Mesures finales sur un produit terminé (volume du pain, stabilité de la mayonnaise en fonction du temps et du pH).
- Le choix des mesures est très important et il faut étudier celles qui sont en relation directe avec les propriétés fonctionnelles. Ainsi pour étudier les propriétés de surface des caséines, on serait amené à prendre en considération :
 - la teneur en fonctions thiol libres
 - l'hydrophobicité de surface
 - la solubilité avant et après hydrolyse
 - les propriétés moussantes et émulsifiantes avant et après hydrolyse (Linden et Lorient, 1994).

1.4.1. Propriété d'hydratation

1.4.1. 1. Rétention d'eau

La rétention d'eau par les poudres peut être expliquée par les faibles quantités d'eau liée et fortement structurée (0,2 à 0,5g/g de matière sèche). Elle peut être aussi due : à la pression osmotique créée par la présence de solutés dans les systèmes cellulaires comportant une membrane semi-perméable; - aux forces de capillarité dues à l'organisation des molécules de soluté ou en microstructure et dont l'intensité est d'autant plus forte que la taille des mailles est faible.

L'absorption de l'eau est influencée par la présence de groupements ionisables, le pH, la présence de sels et la température. La composition en acides aminés influence également la capacité des protéines à absorber de l'eau. Les groupements polaires des protéines (carboxyl, hydroxyl et thiol) ont tendance à lier facilement les molécules d'eau (A cause des liaisons Hydrogène), ce qui contribue à leur capacité d'absorption des molécules d'eau. Au PI, la capacité des protéines à absorber des molécules d'eau est minimale puisque la charge nette de la protéine est nulle. Une faible concentration en sel dans le milieu améliore l'absorption de l'eau ; toutefois, une forte concentration la diminue. L'absorption de l'eau étant un phénomène exothermique, l'augmentation de la température diminue l'absorption de l'eau (Linden et Lorient, 1994).

L'eau présente dans les polysaccharides peut être classée en deux types :

- l'eau retenue par les tensions de surface dans les pores de la matrice fibreuse ;
- l'eau liée par des liaisons hydrogènes et/ou des interactions hydrophobes sur les groupements chimiques portés par les fibres.

Les principaux paramètres utilisés pour décrire les propriétés d'hydratation sont le gonflement, l'absorption d'eau et la capacité de rétention d'eau.

Le gonflement est la capacité des fibres à s'hydrater sans l'application d'aucune autre force que la gravité. Il correspond au volume occupé par une masse connue de fibres hydratées rapporté à la masse sèche de l'échantillon initial (Robertson et al., 2000).

L'absorption et la capacité de rétention d'eau font intervenir l'application d'une force extérieure. La mesure de la capacité d'absorption d'eau correspond à l'aptitude des fibres à absorber l'eau par capillarité. Cette mesure peut se traduire par des isothermes de sorption ou, plus souvent, des cinétiques d'absorption avec un appareil de Bauman (Renard et Thibault, 1991; Massiot et Renard, 1997; Robertson et al., 2000).

De façon générale, le mécanisme consiste en la fixation des molécules d'eau par les groupements hydrophiles des biopolymères (protéines, fibres et amidon). Elle est très dépendante de la composition (nature et teneur en protéines, fibres et amidon, (Singh, 2011 ; Tiwari et Cummins, 2011 ; Vioque et al., 2012), traitements technologiques appliqués (torréfaction, germination, (Ma et al., 2011 ; Benítez et al., 2013), mode de préparation (Boye et al., 2010), conditions physicochimiques (pH, force ionique et température et granulométrie). Les propriétés d'hydratation sont des attributs des fibres insolubles .

1.4.1.2. Capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile (CRH) est la quantité d'huile ou de graisse retenue par un gramme de matière (Chau et Cheung, 1998 ; Kiosseoglou et Paraskevopoulou, 2011). La rétention de graisse donne aux produits alimentaires la palatabilité et la friabilité (Elkhalifa et Bernhardt, 2010) et minimise la perte de matière grasse lors de la cuisson (Tosh et Yada, 2010). Sur le plan physiologique, la rétention d'huile se traduit par l'absorption des sels biliaires et leur excrétion, ce qui réduit le cholestérol (Tosh et Yada, 2010). Le mécanisme implique l'adsorption de l'huile sur les groupements apolaires des fibres alimentaires, d'amidon et des acides aminés des chaînes protéiques (Benítez et al., 2013). Il est suggéré que la rétention d'huile est due, en premier lieu, aux fibres alimentaires, puis aux protéines et en dernier lieu à l'amidon (Vioque et al., 2012).

1.4.1.3. Solubilité

Cette propriété est souvent un critère de qualité des poudres ; de plus, elle est souvent en relation avec les autres propriétés telles que la viscosité, l'aptitude à la gélification, à la muséification ou au moussage. Elle dépend de nombreux facteurs : prétraitement de séparation, méthode de concentration et séchage, le pH, la force ionique, la température en présence ou non d'ion Ca^{2+} , de

sels complexant ... la solubilité et surtout forment diminuée au pH_i après dénaturation (Alain et Roudot, 2001).

La solubilité des protéines est leur capacité de se dissoudre dans l'eau. Cette solubilité est fonction du pH, de la force ionique et de la température du milieu. La solubilité des protéines est minimale dans une zone de pH située autour de leur point isoélectrique (PI). Cette propriété est exploitée pour la préparation des isolats protéiques d'un aliment, par précipitation isoélectrique. (Alain et Roudot, 2001).

La solubilité des protéines diminue lors des traitements thermiques. Cette perte de solubilité a des conséquences majeures sur les propriétés moussantes et émulsifiantes des protéines. (Alain et Roudot, 2001).

La solubilité des protéines gagne en importance lorsque la clarté du produit, comme dans les boissons, est capitale. (Alain et Roudot, 2001).

La solubilité des fibres dans l'eau gouverne leur classification en solubles/insolubles. Elles n'en seront pas pour autant dissoutes au niveau du système digestif. La solubilité des fibres repose sur la présence de très nombreuses fonctions alcool capables d'interagir avec l'eau. Alain et Roudot(2001),distingue les molécules linéaires neutres, les molécules ramifiées et les polyélectrolytes. Le mécanisme de solubilisation va ainsi dépendre de la structure des chaînes et de la présence de charges électriques.

Les chaînes linéaires, de structure régulière, peuvent s'assembler par de nombreuses liaisons covalentes et ainsi former des régions pseudo cristallines. De telles molécules se dispersent difficilement dans l'eau (cas de la cellulose). La présence d'une irrégularité chimique ou d'un branchement augmente la solubilité en empêchant stériquement l'association inter-chaînes. Ainsi, les pectines fortement branchées sont plus hydrosolubles que les pectines linéaires (Cloutour, 1995). Par ailleurs, si les chaînes comportent des liaisons (1J6) elles deviennent flexibles et se solubilisent plus facilement (Thebaudin et al., 1997). La présence de charges électriques sur certains polysaccharides (comme les substances pectiques) provoque des répulsions électrostatiques s'ils sont sous forme saline. Sous forme acide, ou en présence d'une force ionique importante, les groupes acides génèrent des liaisons hydrogènes inter ou intramoléculaires favorisant agrégations et précipitations (Ralet, 1992). Ainsi les dérivés de cellulose peuvent donner des solutions épaissies tandis que les pectines peuvent gélifier. Ces phénomènes de solubilisation sont résumés dans la figure 20.

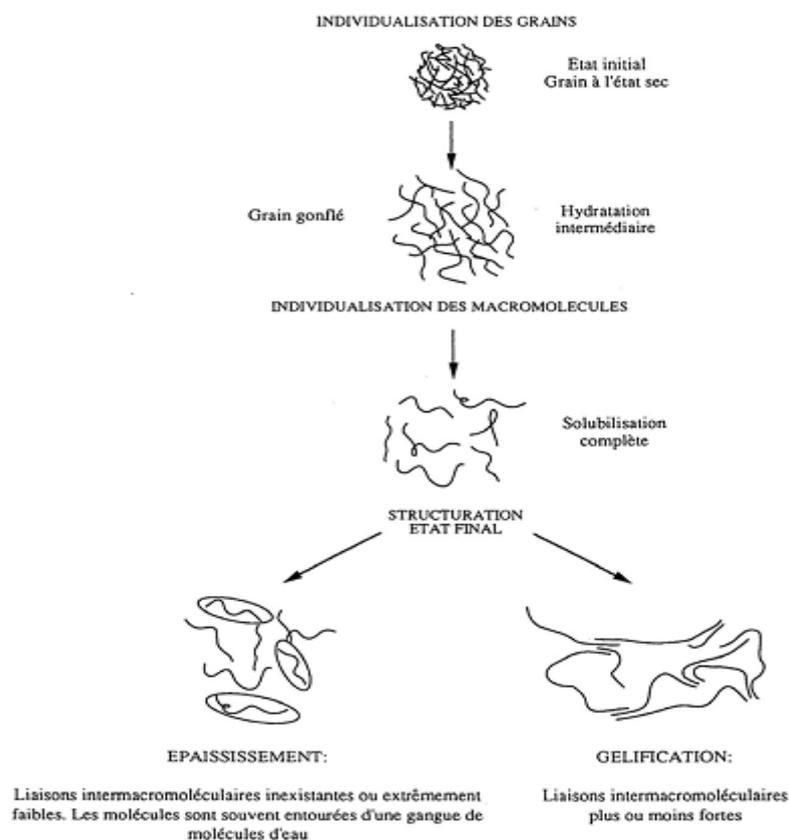


Figure 20: Phénomènes de gélification et d'épaississement (Ralet,1992).

1.4.1.4. Propriétés viscosifiantes

La viscosité d'une solution protéique est sa propriété qui tend à empêcher son écoulement lorsqu'elle est soumise à l'application d'une force. Les solutions de grande viscosité résistent à l'écoulement et les solutions de faible viscosité s'écoulent facilement. (Marion et Doulier, 2002).

Des variations de pH, de température et de force ionique peuvent modifier la viscosité des solutions protéiques. Toutefois, elle augmente en milieu alcalin parce que les charges électriques négatives entraînent un déplissement et une élévation maximale de la protéine. Ce phénomène joue un rôle important dans les aliments liquides tels que les boissons, potages, sauces et crèmes.(Alain et Roudot, 2001).

1.4.2. Propriétés de structuration

1.4.2.1. Absorption d'eau gonflement

Le gonflement est la capacité des fibres à s'hydrater sans l'application d'aucune autre force que la gravité. Il correspond au volume occupé par une masse connue de fibres hydratées rapporté à la masse sèche de l'échantillon initial (Robertson et al, 2000) cité par (Colin-Henrion, 2008).

1.4.2.2. Coagulation (gélification) des protéines

Un gel peut être défini comme un système au moins biphasique ou constitué par un réseau de macromolécules tridimensionnelles solides retenant entre ses mailles la phase liquide. (Tilly, 2007).

La coagulation peut être considérée comme une agrégation des ordonné telle qu'elle se produit par thermo dénaturation au pH_i moyenne des protéines de lactosérum. (Alain et Roudot, 2001).

La gélification implique la formation d'un réseau plus ou moins ordonné après dépolissement des chaînes peptidiques. La formation de gel nécessite une concentration protéique d'au moins 8%. La fermeté des gels dépend :

- Des traitements thermique : la fermeté s'accroît avec la température ;
- Du pH : gel fermé en milieu acide et alcalin, granuleux en pH neutre ou faiblement acide.
- De la concentration protéique : gels stables à forte concentration ;
- Des glucides présents : gels lactosériques plus stables en présence de saccharose (Alain et Roudot, 2001).

Quand des molécules dénaturées s'agrègent pour former un réseau protéique ordonné, le phénomène est appelé coagulation ou encore, gélification (Tilly, 2007).

La coagulation des protéines est obtenue sous l'action d'agents physiques (température, agitation, ...) et chimiques (pH d'un milieu acide, enzymes, ...). L'action de ces agents sur les protéines aboutit à la modification de leur structure et favorise la formation des ponts disulfures entre leurs acides aminés soufrés : c'est la coagulation. Le réseau protéique ainsi formé emprisonne, entre ses mailles, l'eau contenue dans l'aliment ce qui donne à l'aliment son aspect consistant : c'est le gel ou le coagulum (Marlène et Vierling, 2007).

1.4.2.3. Pouvoir gélifiant (Polysaccharides)

Les polysaccharides présentent un pouvoir épaississant lorsque les liaisons moléculaires sont faibles voire inexistantes et que les molécules sont entourées d'une gangue de molécules d'eau (Launay et al., 1986).

Un polysaccharide gélifie lorsqu'il forme un réseau tridimensionnel macromoléculaire retenant entre ses mailles une phase liquide (Cloutour, 1995). Dans ce type de structure, les macromolécules sont liées entre elles par des zones de jonction alors que d'autres parties de la macromolécule restent libres : une même macromolécule peut ainsi être liée à plusieurs autres (Figure 20). Les pectines peuvent gélifier grâce à leurs groupes hydroxyles et leurs fonctions acide qui leur permettent d'établir des liaisons hydrogènes ou ioniques. Les pectines de DM inférieur à 50

% (Low Methoxylated ou LM) gélifient en présence de cations alcalino-terreux comme le calcium. Les pectines HM gélifient à pH acide ($\text{pH} < 3,5$) et à faible activité de l'eau (A_w) (Ralet, 1992).

1.4. Propriétés de surface

1.4.3.1. Propriété émulsifiante

Ces substances sont des composés amphiphiles dont la structure chimique comporte à la fois des fonctions hydrophiles et les fonctions hydrophobes. Cette structure chimique particulière leur confère la capacité de s'adsorber aux interfaces huile/ eau et d'assurer ainsi la stabilité des émulsions (Marion et Doulier, 2002).

Une émulsion est un système hétérogène liquide comportant au moins un liquide non miscible intimement dispersé sous forme de gouttelettes dont le diamètre est en générale inférieure à 0,1mm (Marlène et Vierling, 2007).

Les propriétés sont due à la faculté de réduire les tensions inter faciales entre composante hydrophiles et hydrophobes ; elles sont souvent liées à la solubilité de la protéine dans l'eau (Alain et Roudot, 2001).

❖ Un agent émulsifiant agit normalement comme agent actif de surface et permet la miscibilité de deux liquides dissemblables. Leur action émulsifiante résulte de la présence simultanée dans la molécule, de groupes qui attirent l'huile (groupes hydrophobes) et de groupes qui attirent l'eau (groupes hydrophiles). Leurs actions comme agents émulsifiants et stabilisants des émulsions se manifestent par (Dagorn-Scaviner et al., 1987 ; Gueguen et al., 1988 ; Lorient et Colas, 1988 ; Lorient et al., 1988) cité par (Colin-Henrion, 2008) :

- ✓ La diminution de la tension interfaciale due à l'adsorption des émulsifiants à l'interface eau/huile. Cette action est d'autant plus importante que la molécule est linéaire et présente une haute valeur d'adsorption,
- ✓ La formation d'une couche rigide et cohérente autour des globules d'huile. Une concentration élevée en agent émulsifiant est nécessaire pour former une couche visqueuse qui permet une bonne stabilisation des émulsions,
- ✓ La stabilisation des dispersions par diminution de l'énergie libre totale de surface qui limite la coalescence et la floculation.

La capacité émulsifiante (quantité d'huile émulsifiée par g de protéine avant inversion de phase) et la stabilité croissent avec la concentration protéique (optimum à 2-3%) et sont souvent minimales au pH (Alain et Roudot, 2001).

Le caractère amphiphile des protéines leur confère la propriété d'être de bons agents tensio-actifs et elles sont donc utilisées pour stabiliser les phases huile/eau d'une émulsion. De nombreux produits alimentaires sont des émulsions (lait, crèmes, glaces, ...) et les constituants protéiques jouent un rôle prépondérant dans leur stabilisation (Alain et Roudaut, 2001).

Les facteurs comme la concentration en protéines, le pH, la solubilité des protéines, la présence de sels ou d'autres solutés de même que la température influencent les propriétés émulsifiantes des protéines (Alain et Roudot, 2001).

Exemples d'émulsion alimentaire :

Les émulsions alimentaires le plus courante sont : la crème, le lai, les crèmes glacées, les mayonnaises, la chaire à saucisse, les charcuteries (Marlène et Vierling, 2007).

1.4.3.2. Propriété moussante

Une mousse est une dispersion d'une gaze dans un liquide. Le foisonnement, défini comme l'augmentation de volume, est la capacité de produit une mousse. (Marlène et Vierling, 2007).

Très appréciées en pâtisserie (cakes, meringues, soufflés...), ces propriété résultent d'un dépolissement à l'interface eau/air.

Le foisonnement maximum (ou capacité moussante) et la stabilité des mousses protéique sont excellents si les protéines sont purifiées (cas de la β lactoglobuline) et si le pH est proche de la neutralité. La thermo dénaturation est un facteur améliorant (Alain et Roudot, 2001).

Sous l'action du battage d'une solution protéique, les molécules de protéines se dénaturent, se déroulent et emprisonne de l'air. Cette opération conduit à la formation d'une mousse (dispersion d'un gaz dans un liquide) et au foisonnement de la solution (augmentation du volume par ajout d'air) (Marion et Doulier, 2002).

La propriété moussante des protéines est exploitée dans la préparation de nombreux aliments comme la mayonnaise et les mousses utilisées dans les confiseries. Pour la préparation de ces mousses on utilise souvent les protéines du blanc d'œuf, mais d'autres protéines tels que les protéines du lactosérum et les protéines du soja possèdent aussi cette propriété moussante (Marlène et Vierling, 2007).

2. Interrelation entre propriétés fonctionnelle et propriétés sensorielles

La fixation de molécules aromatiques sur les protéines peut se faire par l'adsorption physique facile à dissocier, ou par liaison covalente plus énergétique. Les molécules aromatiques sont très variées, ce sont des aldéhydes, des cétones, des alcools, des phénols, des acides gras natifs ou altérés. Elles sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 6 : Propriété fonctionnelle-propriété sensorielle (Marlène et Vierling, 2007).

Adsorption d'arômes	Odorant
Propriété aux interfaces (émulsification, foisonnement)	Goût et odorant
interaction avec l'eau (solubilité, viscosité)	Goût et propriétés kinesthésiques (c'est-à-dire la sensation de mouvement)
Texture (consistance à la mastication)	Tact au niveau de la bouche et des doigts, ouïs

La fixation a lieu sur des sites spécifiques des protéines ; surtout de caractères hydrophobe. Ce qui explique que tout traitements qui augmente le nombre de sites à la surface de protéine facilité la fixation de l'arôme. Par exemple, la dénaturation thermique est favorable. Il est par fois intéressant d'éliminé l'odeur d'une protéine : dans ce but, on soumet les protéines du soja à une protéolyse limité qui déparasse le produit de sont odeur de haricot. Les lipides aident les protéines à fixer les arômes en exilant le caractère hydrophobe de la molécule. Cet effet peut être indésirable, c'est ainsi que certaine protéines sont odeur de rance (Marlène et Vierling, 2007).

3. Méthodologie de la propriété fonctionnelle

Nous nous sommes intéressés à l'évaluation des propriétés fonctionnelles de poudres et des extraits des fruits utilisées pour cela elle nécessite l'emploi de système modèle et de tests utiles représentant le mieux possible des conditions expérimentales standardisées et assez proches de la réalité technologique.

Les conditions expérimentales doivent prendre en compte les conditions du milieu (pH, force ionique, composition ...) et l'utilisation de traitements de mise en forme qui interviennent souvent dans les ultimes étapes du procédé (cuisson, séchage...).Parfois, en jouant sur plusieurs, il sera possible de pratiquer des tests accélérés de conservation (Guy et Lorient, 1994).

Depuis quelques années, on essaie de standardiser les méthodes d'évaluation des propriétés fonctionnelles, mais elles restant très controversées en raison de la grande variabilité des systèmes alimentaires concernés, par exemple, doit-on utiliser le même teste de capacité émulsifiante selon que l'on incorpore un émulsifiant aux mayonnaises, aux crèmes recombinaées homogénéisées, aux charcuteries ou aux crèmes glacées (Linden et Lorient, 1994).

4. Quelques applications alimentaires des propriétés fonctionnelles

- ❖ Les émulsifiants sont des substances ajoutées aux denrées alimentaires pour réaliser ou maintenir un mélange homogène de deux ou plusieurs phases non miscibles telles que l'eau et l'huile (Alain et Roudot, 2001).
- ❖ Les gélifiants sont des substances qui ajoutées à des denrées alimentaires, lui confèrent de la consistance par la formation d'un gel (Linden et Lorient, 1994).
- ❖ Les substances épaississantes sont des substances qui augmentent la viscosité quand ils sont ajoutés à une denrée alimentaire (Robertson et al., 2000 ; Colin-Henrion, 2008).
- ❖ La viscosité des solutions protéiques joue un rôle important dans les aliments liquides tels que les boissons, potages, sauces et crèmes (Robertson et al., 2000) cité par (Colin-Henrion, 2008).
- ❖ La capacité de rétention d'eau joue un rôle majeur dans la qualité de la texture de divers aliments notamment les viandes hachées et les pâtes boulangères (Robertson et al., 2000) cité par (Colin-Henrion, 2008)
- ❖ La propriété de coagulation des protéines est exploitée dans la cuisson des aliments (œufs, viandes, ...) et dans la préparation de nombreux autres produits : les gels protéiques de soja (exemple : tofu), les yaourts, les fromages. Elle est aussi exploitée pour améliorer l'absorption d'eau (épaississement) et pour stabiliser les émulsions et les mousses (Marlène et Vierling, 2007).

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I:

MATERIEL ET MÉTHODES

Chapitre I

1. Matériel et méthodes

La figure 21 présente la méthodologie utilisée pour l'étude de l'ensemble de nos échantillons frais, secs et extraits des fruits des *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia*.

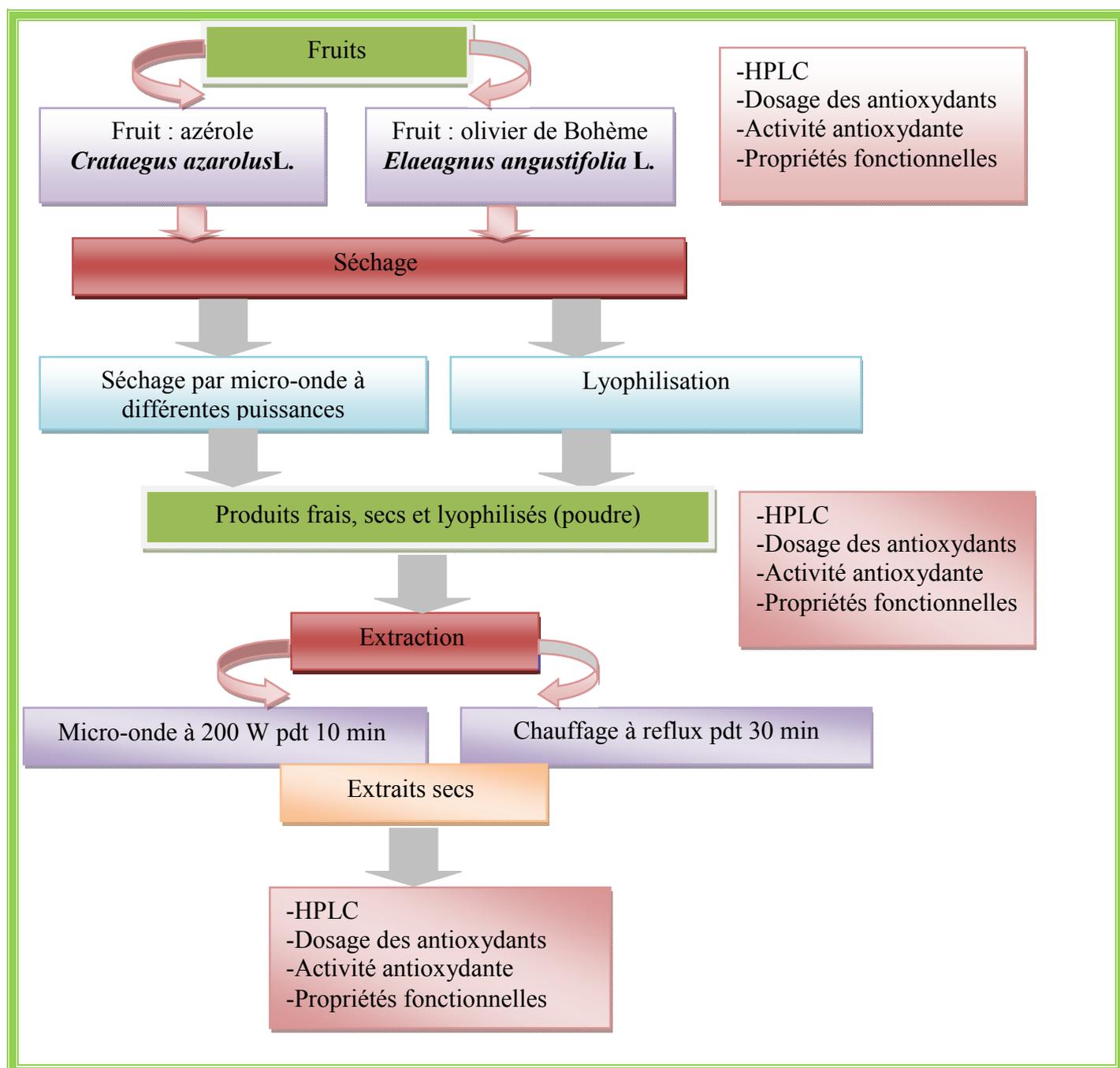


Figure 21 : Méthodologie utilisée pour l'étude de l'ensemble de nos échantillons frais, secs et extraits des fruits des *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia* utilisés aux niveaux des deux laboratoires : LSA (Université BATNA 1, Batna, Algérie) et GRAPPE (École Supérieure d'Agriculture, Angers, France).

1. Matériel végétal

Notre travail est basé sur l'étude de deux fruits : *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia*.

Les deux fruits sont des espèces spontanées dans différentes régions de la Wilaya de Batna " Ain Touta pour azérolier et olivier de Bohême à Fesdis(Figures 22 et 23).

Ils ont été récoltés entre les mois de Septembre et Octobre 2012 et 2013. La durée de récolte commence approximativement quatre-vingt-dix jours après la fleuraison quand les fruits sont mûrés (basés sur leur degré de maturation et selon la dimension et la couleur du fruit), ensuite les fruits seront ramassés du champ puis emballés dans des boîtes et apportés au laboratoire pour les analyses.

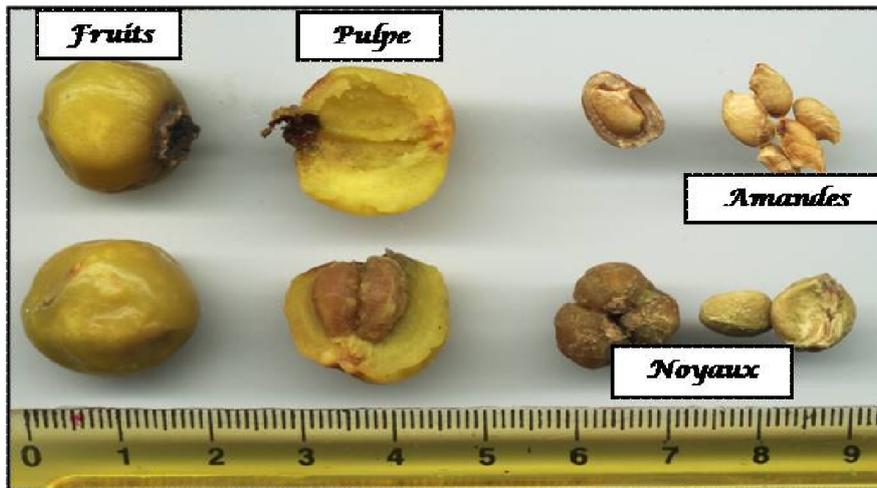


Figure 22 : Représentation des différentes parties de *Crataegus azarolus*

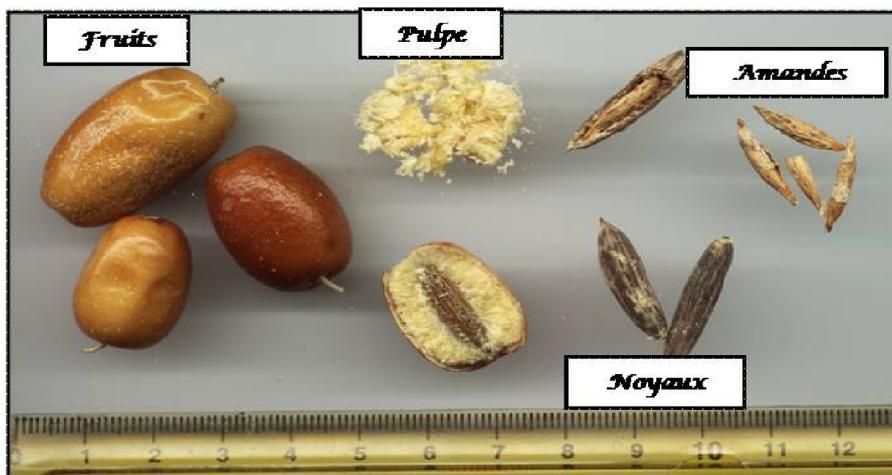


Figure 23: Représentation des différentes parties d'*Elaeagnus angustifolia*.

Les échantillons séchés et broyés, ont également été conservés à -20 °C

1.1. Préparation des échantillons

- L'échantillonnage se fait aléatoirement, il permet de déterminer le poids des différents compartiments ;
- Nous avons pris 50 fruits de chaque espèce et nous les avons pesés entiers.

•Nous avons séparé les deux parties : comestible et amande ainsi que l'amande de sa coque, pour déterminer le rapport noyau/fruit et amande/noyau ; la matière sèche a été déterminée avant la conservation ;

•La conservation des échantillons se fait dans des sacs en plastique pour les congeler à une température de -20 °C afin de les utiliser ultérieurement.

1.2. Détermination des différents rapports

La détermination des différents rapports est calculée selon le principe suivant :

Principe

Une mesure de poids du fruit est effectuée à l'aide d'une balance de précision ; il faut peser le fruit complet, puis peser chaque partie du fruit toute seule (partie comestible, noyau, amande) à l'aide de la balance de précision.

Mode opératoire

- Peser le fruit complet.
- Séparer la partie comestible et la peser.
- Peser ensuite les noyaux entiers.
- Peser l'amande après sa séparation de la coque.
- Faire les différents rapports selon des formules précises.

Expression des résultats

La détermination des rapports entre noyau : partie comestible, et amande /fruit se fait selon les formules suivantes :

$$\text{P.P.C \%} = \frac{\text{P.P.C}}{\text{P.F}} \times 100$$

Ou

P.P.C : poids de la partie comestible.

P.F : poids du fruit.

$$\text{P.N \%} = \frac{\text{P.N}}{\text{P.F}} \times 100$$

Ou

P.N : poids du noyau.

P.F : poids du fruit.

2. Méthodes d'analyses

2.1. Détermination de la teneur en eau

Principe

La dessiccation de la matière fraîche à la température de 103±2°C dans une étuve isotherme ventilée à la pression atmosphérique jusqu'à une mesure pratiquement constante (Audigie et al., 1987 ; Linden et Lorient, 1994 ;AFNOR-DGCCRRF, 1995).

La teneur en eau est la différence entre le poids de l'échantillon avant et celui après la dessiccation, lorsque son poids est constant.

Mode opératoire

- Dans des capsules tarées, peser 2g de la partie charnue ou 1g pour l'amande avec 50 répétitions pour éviter les erreurs ;

- Introduire les capsules dans l'étuve à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'un poids constant ;
- Laisser refroidir les capsules avant de les peser dans un dessiccateur et évaluer la quantité d'eau évaporée.

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

Expression des résultats

Où :

H% : Taux d'humidité ou teneur en eau

M1 : Masse en g de la capsule avec l'échantillon avant la déshydratation

M2 : Masse en g de la capsule avec l'échantillon après la déshydratation

P : Masse en g de la prise d'essai

$$\text{MS\%} = 100 - \text{H\%}$$

MS : Matière sèche.

3. Partie procédés

3.1. Séchage

3.1.1. Séchage par micro-ondes à différentes puissances

Le micro-onde utilisé est de type domestique (GE107Y ; SAMSUNG) avec une fréquence de 2450 MHz et une puissance maximale de 1200W.



Figure 24: Micro-onde domestique type (GE107Y SAMSUNG).

Le séchage était effectué par cycle (30 sec *ON*/ 30 sec *OFF*), chaque cycle correspondait à l'application des micro-ondes à une puissance donnée pendant 30 s *ON* suivie de 30 s *OFF*. À la fin de chaque cycle, les produits sont pesés sur une balance de précision.

3.1.1.1. Cinétique de séchage

La cinétique de séchage a été déterminée par l'évolution de la masse des produits après chaque cycle. Étant donnée l'hétérogénéité du chauffage par micro-ondes, nous avons réalisé 5 répétitions pour chaque produit à chaque puissance et nous avons déterminé la valeur moyenne (Alhaddad, 2007).

Nous avons pris trois capsules en verre, préalablement nettoyées et séchées, la pulpe d'azérole et d'olivier de Bohême. Les capsules contenant les échantillons sont ensuite placées au micro-onde et pour l'étude de la cinétique de séchage par ce système, six puissances différentes ont été utilisées (100, 180, 300, 450, 600 et 900W). Après 30 s de séchage, les capsules sont retirées du micro-onde et placées dans un dessiccateur pour qu'elles refroidissent. Nous avons ensuite pesé chaque échantillon avec une balance de précision 0.001g (model : GL-300). Cette opération est répétée régulièrement pour chaque intervalle de 30 secondes.

Jusqu'à l'obtention d'un poids constant de trois cycles successifs. Au cours du séchage, nous avons suivi l'évolution de la perte de masse des produits et nous avons ainsi établi les cinétiques de séchage. Nous avons noté l'évolution de l'humidité H du produit (ou de la teneur en eau base sèche) en fonction du temps t : $X=f(t)$, sachant que chaque trente secondes de séchage correspond à 1 cycle (Al. Harahsheh et al., 2005), cité par Zidani (2008).

A l'aide des masses des produits mesurées, on calcule les teneurs en eau en base sèche par la formule suivante :

$$X = (M - MS) / MS$$

Avec :

X : Teneur en eau en base sèche (kg d'eau /kg de matière sèche)

M : Masse du produit (en g) soumise au séchage

MS : Masse de matière sèche (MS=masse totale de départ – masse d'eau de départ (calculé à partir de la teneur en eau en base humide))

Au cours du séchage, nous avons suivi l'évolution de la perte de masse des produits et nous avons ainsi l'évolution de la cinétique de séchage en traçant les courbes de variation de la teneur en eau en fonction du temps.

3.2.1. Séchage par lyophilisateur

Le produit végétal est d'abord congelé, puis la glace qui s'y est formée est sublimée (transformée directement en vapeur d'eau) dans des conditions appropriées de température et de pression. La vapeur d'eau est éliminée le plus souvent par condensation à l'état de glace. Ce procédé en « phase solide » préserve particulièrement bien la structure de l'aliment.

Les expériences de lyophilisation des fruits ont été réalisées dans un lyophilisateur (4KB TXL-75; Virtis Benchtop K, New York) équipé d'un condenseur à basse température (-80°C) qui permet de piéger la vapeur d'eau s'échappant des fruits au cours de la lyophilisation. Une pompe à vide permet d'abaisser la pression totale dans l'enceinte jusqu'à 5 µbar. Les plateaux de fruits congelés ont été mis sur les deux tablettes situées dans la chambre de lyophilisation supérieure, faite en acier inoxydable et hermétiquement fermée par une porte en plexiglas. La lyophilisation a été

réalisée à deux températures (25 et 50°C), durant 68 heures. Les fruits secs obtenus ont été en suite broyés à l'aide d'un mortier avec l'azote liquide pour éviter la fonte de la matière grasse.

Durant toutes les expériences, toutes les poudres obtenues ont été emballées sous vide dans des sacs en plastique par une emballeuse sous vide (Mode I350, SIPROMA C Inc., St Germain, QC, Canada) et entreposées à -20°C jusqu'à leur utilisation pour l'analyse.

3.3. Procédure expérimentale d'extraction

Dans cette section, les techniques expérimentales utilisées pour l'extraction, emploient comme solvant l'éthanol. La récupération de l'extrait, son traitement ultérieur et son analyse sont ensuite discutés. L'extraction au solvant d'un éthanol est normalement effectuée au point d'ébullition du solvant. L'extrait liquide est séparé du résidu par filtration sous vide. La récupération du solvant à partir du liquide extrait est réalisée par évaporation rotative. L'extrait solide et les résidus sont séchés dans une étuve à vide.

3.3.1. Chauffage à reflux

Principe

C'est un procédé qui est utilisé pour extraire les principes actifs tels que les polyphénols. Il consiste à porter à ébullition un mélange de matière végétale et de solvant. Ici, un réfrigérant à boule est utilisé, plutôt qu'un réfrigérant droit, afin d'augmenter la surface de contact avec les vapeurs. La vapeur dégagée est condensée sur les parois froides du bas du réfrigérant, ce qui permet de former des gouttes de liquide qui tombent régulièrement du réfrigérant dans le mélange. Ainsi, est donc récupéré le filtrat après la fin du chauffage pour entamer l'extraction par différents solvants afin de recueillir le produit final.

Mode opératoire

Les échantillons frais et séchés sont broyés, puis 10 g en sont alors extraits et placés dans un ballon à fond bombé et 100 ml d'éthanol sont aussi ajoutés. Le ballon est relié à un condenseur à reflux et est chauffé électriquement au moyen d'un chauffe-ballon contrôlé par un Variac. L'extraction est effectuée pendant 30 minutes sous conditions de reflux total à la température d'ébullition du solvant.

Centrifugation

Après refroidissement, le contenu du flacon est transféré dans une bouteille en plastique de 300 ml et centrifugé pendant trente minutes avec une vitesse de 3000 tr/min (~ 1500g, où g est l'accélération due à la gravité) pour permettre une meilleure sédimentation des solides en suspension.

Filtration

Le liquide surnageant centrifugé est filtré sous vide en utilisant un papier filtre Whatman numéro 1

pré-pesé (qui retient les particules supérieures à 11 μm). Le filtrat est le liquide "extrait" et le résidu est le solide retenu sur le papier filtre.

Séchage des résidus

Le résidu avec le papier filtre est enveloppé dans un aluminium pré-pesé ; extrait dans une étuve sous vide à environ 105°C, pendant une nuit.

Récupération d'extrait

L'extrait liquide (filtrat) est placé dans un évaporateur rotatif et le solvant est récupéré sous pression réduite. L'évaporateur rotatif porté à une température entre 50 et 64°C. L'extrait recueilli est finalement séché pendant une nuit dans une étuve sous vide à environ 105°C.

3.2.2. Protocole d'extraction par four à micro-ondes

Principe

Le rayonnement des micro-ondes est une méthode d'activation des réactions chimiques, dont le faible niveau de consommation d'énergie le rend très attractif par rapport au chauffage classique.

Conditions opératoires

Dans notre cas, l'extraction a été réalisée dans un micro-onde avec des consignes de puissance et de temps classiquement utilisées au laboratoire : une puissance de 200W avec un cycle (2min *On* et 2 min *Off*) sur une durée de 10 minutes. L'extraction a été réalisée à la température d'ébullition de solvant (78,37 °C pour l'éthanol)(Bhadoriya et al.,2011).

Mode opératoire

Des échantillons de 10 grammes et l'éthanol ont été placés dans un flacon d'extraction de capacité de 1l, puis le ballon a été placé dans le four micro-onde. La puissance (200W) et le temps (10minutes ((2min *On* et 2 min *Off*)) ont été ajustés en utilisant le panneau de contrôle de micro-ondes, qui est tournant, pour avoir une irradiation moyenne (Bhadoriya et al.,2011).

Irradier jusqu'à atteindre la température d'ébullition et bien mélanger ;

Centrifugation

Après refroidissement, le contenu du flacon est transféré dans une bouteille en plastique de 300 ml et centrifugé pendant trente minutes avec une vitesse de 3000 tr/min ($\sim 1500g$, où g est l'accélération due à la gravité) pour permettre une meilleure sédimentation des solides en suspension.

Filtration

Le liquide surnageant centrifugé est filtré sous vide en utilisant un papier filtre Whatman numéro 1 pré-pesé (qui retient les particules supérieures à 11 μm). Le filtrat est le liquide "extrait" et le résidu est le solide retenu sur le papier filtre.

Séchage des résidus

Le résidu avec le papier filtre est enveloppé dans un aluminium pré-pesé, l'extrait dans une étuve sous vide à environ 105°C, pendant une nuit.

Récupération d'extrait

L'extrait liquide (filtrat) est placé dans un évaporateur rotatif et le solvant est récupéré sous pression réduite. L'évaporateur rotatif à une température entre 50 et 64 °C. L'extrait recueilli est finalement séché pendant une nuit dans une étuve sous vide à environ 105°C (3 répétitions) (Bhadoriya et al.,2011).

Les techniques de dosage des propriétés antioxydantes, les activités antioxydantes et propriétés fonctionnelles des extraits des fruits frais et séchés suivent les mêmes protocoles précédemment utilisés.

4. Méthodes analytiques

4.1. Identification et quantification des composés phénoliques, avant et après séchage, par micro-ondes à différentes puissances, lyophilisation et extractions des deux fruits

Témoins

-Acide gallique (Sigma Aldrich), Gallo catéchine,4 hydroxybenzoïque(Sigma Aldrich,Galloépicatéchine(SigmaAldrich),Catéchine(SigmaAldrich),Epicatéchine(SigmaAldrich),-Acide vanilique(Sigma Aldrich) ,B2 procyanidine (SigmaAldrich), epigallocatechine(Sigma Aldrich),catéchinegallate(Sigma Aldrich)-Acide benzoïque (Sigma Aldrich),Phloridzine(Sigma Aldrich),-Acide caféique(Sigma Aldrich),-Acide chlorogénique(Sigma Aldrich),-Acide ferulique (Sigma Aldrich),-Acide sinapique (Sigma Aldrich),Rutine(Sigma Aldrich), Quercétine (SigmaAldrich), Resveratrol (Sigma Aldrich),-Acide sinapique(Sigma Aldrich),p-coumarique(Sigma Aldrich),-Acide ellagique(Sigma Aldrich),Hyperoside(Sigma Aldrich),Isoquercétine(Sigma Aldrich),Ideain chloride(Sigma Aldrich).

Conditions de HPLC pour les extraits de *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia*. Influences des techniques de séchage (par micro-ondes et lyophilisation) de deux fruits sur les propriétés antioxydantes.

Un système HPLC Agilent 160, équipé d'un détecteur à barrette de diodes (Agilent Technologies, Santa Clara, CA), a été utilisé pour l'analyse quantitative des composés phénoliques dans les deux extraits. Une colonne Shodex C18 (DI 250 mm x 4,6 mm, granulométrie 5 µm) a été employée pour la séparation des composés phénoliques. Les phases mobiles étaient (A) 0,5% d'acide acétique dans l'acétonitrile et (B) 2,0% d'acide acétique dans l'eau. Deux méthodes différentes d'élution par gradient ont été appliquées en raison de la difficulté à séparer tous les composés phénoliques simultanément.

-Pour la séparation de gallate d'épicatéchine et d'acide férulique, la méthode d'élution suivante a été appliquée:

Linéaire gradient d'élution de 5 à 22% A, 0-10 min; élution par gradient linéaire de 22 à 24% A, 10-20 min; élution par gradient linéaire de 24 à 95% A, 20-25 min; élution par gradient linéaire de 95 à 5% A, 25-30 min et une élution isocratique de 5% A pendant les 10 minutes suivantes.

-La deuxième méthode d'élution par gradient, pour la séparation d'autres composés phénoliques, a été décrite comme suit:

Gradient linéaire, élution de 5 à 22% A, 0-25 min; élution de gradient linéaire de 22 à 23% A, 25-37 min; linéaire 21 gradient d'élution de 23 à 35% A, 37-50 min; élution de gradient linéaire de 35 à 40% A, 50-60 min; élution de gradient linéaire de 40 à 95 % A, 60-65 min; élution de gradient linéaire de 95 à 5% A, 65 à 67 min; élution isocratique de 5% A, 67-75 min. La température de la colonne était ambiante, le débit était de 0,8 ml/mn et le volume d'injection était de 10 μ l. Une fois séparés, les composés phénoliques ont été surveillés selon quatre longueurs d'onde différentes (254, 280, 320 et 360 nm) pour améliorer la précision de la quantification.



Figure 25 : HPLC Agilent (HP 1200 Waldbronn, Allemagne).

Les analyses HPLC sont réalisées sur une chaîne HPLC de marque Agilent (HP 1200 Waldbronn, Allemagne) équipée d'un système de dégazage, d'une pompe quaternaire, d'un système d'injection automatique thermostaté et d'un détecteur à barrette de diodes. Les composés phénoliques sont séparés en appliquant un gradient d'élution sur une colonne en phase inverse Nucleodur® C18 Gravity (250 x 4,6 mm, ayant des particules de 5 μ m et des pores de 110 Å) (Macherey Nagel, Allemagne), thermostatée à 30°C. Les solvants (A) et (B) correspondent

respectivement aux deux solutions eau/acide formique 95/5 (v/v) et acétonitrile/eau/acide formique 80/15/5 (v/v/v). Une fois que l'extrait est dilué au ½ en mélangeant 600µl de l'extrait et 600µl de(6:4) v/v méthanol/eau, le mélange est centrifugé à 8000 tr/min pendant 5 min à 4°C. Ensuite le surnageant est filtré à l'aide d'un filtre PTFE 0,45µm. L'extrait de composés phénoliques est injecté (10 µL) et l'élution des composés phénoliques se déroule pendant 90min, après application du gradient présenté dans le tableau 7. L'analyse des composés phénoliques de chaque cultivar est réalisée.

Tableau7 : Gradient d'élution des composés phénoliques par HPLC.

<i>Temps en minutes</i>	<i>% Solvant B</i>	<i>% Solvant A</i>
0	3	97
19	4	96
30	4	96
31	6	94
38	14	86
50	14	86
55	30	70
65	35	65
68	50	50
70	80	20
75	80	20
80	3	97
90	3	97

Légende: **SolvantA** : eau/acideformique95/5 (v/v) ;

SolvantB : acétonitrile/eau/acide formique 80/15/5 (v/v/v).

Les chromatogrammes ont été enregistrés et leur traitement a été exploité en utilisant le logiciel ChemStation (Agilent, Allemagne).

Les composés phénoliques sont identifiés à partir de leurs longueurs d'onde et de leurs temps de rétention. L'identification des composés phénoliques est effectuée en comparant les pics trouvés à des étalons de références bien déterminés (voir l'annexe).

Le pic de chaque molécule est intégré et sa surface est ainsi notée en tenant compte des solutions standards qui nous ont permis d'étalonner l'appareil HPLC. Les 25 composés sélectionnés pour la calibration sont analysés à leur longueur d'onde d'absorption maximale. Chaque gamme comporte six concentrations différentes qui seront analysées en HPLC afin d'obtenir une droite de calibration. Dans ces conditions, les temps de rétention des substances étudiées à 20°C sont reportés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Temps de rétention à la température de 20°C et longueur d'onde (λ) de détection des composés phénoliques étudiés.

Longueur d'ondes des composés (nm)	Composés phénoliques	Temps de rétention (min)
280	Acide gallique	5,20
	Gallocatéchine	7.32
	4- Hydroxybenzoïque	16.87
	Galloépicatéchine	19.42
	Catéchine	20.40
	Epicatéchine	40.57
	Acide vanilique	28.98
	B2 procyanidine	35.08
	Epigallocatéchine	51.95
	Catéchinegallate	54.32
	Acide benzoïque	55.41
320	Phloridzine	60.19
	Acide caféique	28.43
	Acide chlorogénique	30.20
	Vanilline	41,61
	Acide ferulique	51.52
	Acide sinapique	54.66
	Rutine	56.68
	Quercétine	57.14
360	Resveratrol	61.15
	p-coumarique	43.52
	Acide ellagique	54.57
	Hyperoside	56.56
520	Isoquercétine	57,11
	Ideain chloride	40.73

5. Dosage des antioxydants

5.1. Extraction des polyphénols

Selon une technique décrite par Poessel(1983). Le matériel végétal est conservé quelques jours dans l'éthanol à 96 p.100 puis broyé au mortier, en présence d'éthanol 80 p. 100 à 4 °C. Après homogénéisation à l'ultraturax, le broyat est agité 20 min à 4 °C, puis filtré sur verre fritté n° 4, le résidu solide étant alors extrait 2 fois par l'éthanol à 80 p. 100. Les différents filtrats hydroalcooliques sont réunis et après évaporation de l'alcool sous vide à 30 °C, l'extrait brut aqueux ainsi obtenu est dépigmenté par l'éther de pétrole (V/V), après addition d'acide métaphosphorique (2 p. 100 P/V) et de sulfate d'ammonium (20 p. 100 P/V). Les composés phénoliques sont ensuite extraits par l'acétate d'éthyle selon un protocole déjà décrit (Fleuriet et Macheix, 1972). Après

élimination de l'acétate d'éthyle par évaporation sous vide, le résidu est dissous dans l'éthanol à 96 p. 100, ce qui permet d'obtenir l'extrait phénolique destiné aux analyses.

5.2. Dosage des polyphénols totaux

La quantification des composés phénoliques totaux, est réalisée selon la méthode de Singleton et Ross (1965), avec le réactif Folin-Ciocalteu. En milieu basique, l'ensemble des composés phénoliques sont oxydés par le réactif de Folin Ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PM_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PW_{12}O_{40}$) qui est réduit, en mélange d'oxydes bleus, de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). La coloration bleue produite, présente un maximum d'absorption aux environs de 765 nm dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon.

Les résultats obtenus sont exprimés en μg équivalent d'acide gallique par centigramme d'extrait (mg E d'acide gallique/100 g d'extrait ms) en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée d'acide gallique (Figure 26).

Un volume de 1 ml de réactif de Folin (10 fois dilué) est ajouté à 200 μl d'échantillon ou standard (dissous dans le méthanol et dans l'eau distillée concernant l'EAG) avec des dilutions convenables. À la dernière étape, 400 μl d'une solution de carbonate de sodium (75 mg/ml) sont additionnés au milieu réactionnel. Après 2 heures d'incubation à température ambiante et à l'abri de la lumière, l'absorbance est lue à 765 nm.

La concentration des polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide gallique (0 -200 $\mu g/ml$) et exprimée en microgramme d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extrait (μg EAG/100 g d'extrait ms) (Georgé et al., 2005).

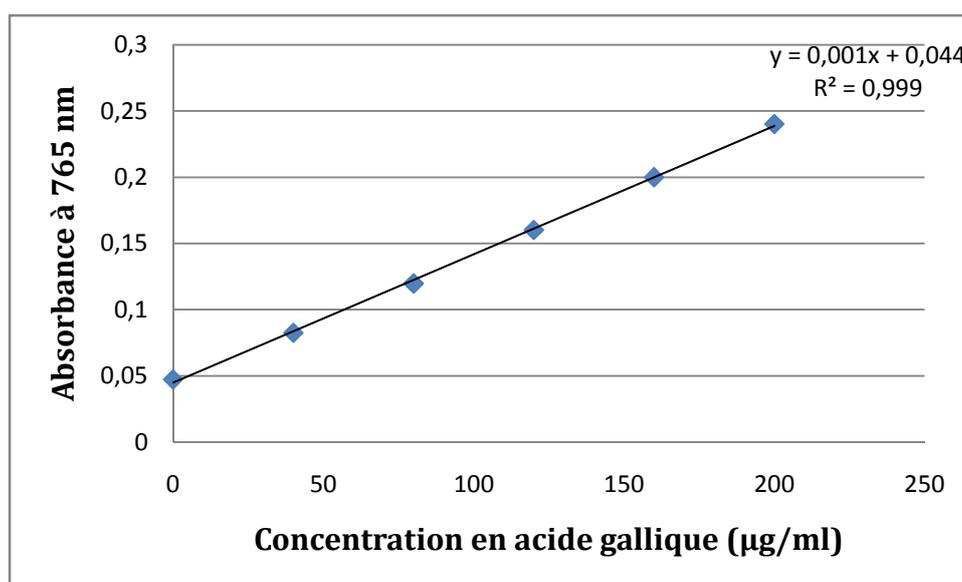


Figure 26: Courbe d'étalonnage des polyphénols.

5.3. Dosage des flavonoïdes

Le protocole utilisé au laboratoire est basé sur celui décrit par Zhishen et al. (1999) et Kim et al. (2003), en y apportant quelques modifications. Quatre cents μl d'extrait dilué (ou d'étalon ou d'eau distillée pour le témoin) sont placés dans un tube à hémolyse en verre avec 120 μl de NaNO_2 à 5 %. Après 5 minutes, sont ajoutés 120 μl à 10 % et le milieu est mélangé à l'aide d'un vortex. Après 6 minutes, 800 μl de NaOH à 1M sont ajoutés au milieu. L'absorbance est lue immédiatement à 510 nm contre le témoin.

Trois solutions sont réalisées. La première est une solution aqueuse de chlorure d'aluminium (AlCl_3) à 10 % (w/v). La deuxième est une solution de nitrite de sodium (NaNO_2) à 5 % (w/v) dans de l'eau distillée et, enfin, la troisième est une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 1 M. Une solution méthanolique à 1 g/l de quercétines est de référence. Les solutions filles qui seront réalisées à partir de cette dernière permettront de tracer la courbe d'étalonnage (Figure 27). Les valeurs de concentration seront directement lues à partir de la droite d'étalonnage établie à l'aide de la solution de référence, de la forme $\text{Abs} = a \times [\text{Quer}] + b$.

Il s'ensuit que la concentration de l'échantillon est exprimée en mg d'équivalent de l'étalon par litre d'extrait sec ou de matière sèche.

La gamme de quercétine est tracée pour des concentrations comprises entre 0 et 40 mg/ml (Figure 27).

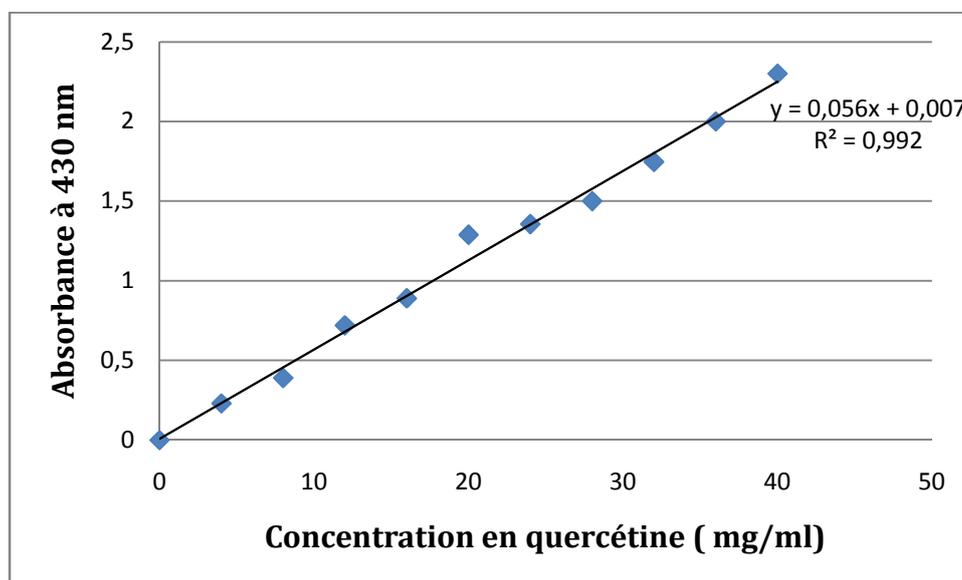


Figure 27 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

5.4. Dosage des flavan-3-ols ou test au DMACA

Le protocole utilisé au laboratoire est basé sur celui décrit par Arnous et al. (2002), en y apportant quelques modifications.

Dans un tube à hémolyse en verre, est introduit 1 ml Sigma Aldrich d'extrait pur ou dilué (ou d'étalon ou de méthanol (pour le témoin) en présence de 5 ml de réactif DMACA. Le milieu réactionnel est mélangé grâce à un vortex, laissé à incuber pendant 10 minutes puis analysé en spectrophotométrie à 640 nm, contre le témoin.

Une solution d'acide chlorhydrique (HCl) méthanolique 1 N est effectuée avec de l'HCl à 33 %. Elle servira à réaliser la solution acidifiée de DMACA à 0,1 % (w/v) qui constitue la solution de travail. Celle-ci, alors obtenue, est conservée à l'abri de la lumière. Une solution d'étalon de catéchine à 1g/l est préparée dans le méthanol. Les solutions filles qui seront réalisées à partir de cette dernière permettront de tracer la courbe d'étalonnage.

Les valeurs de concentration seront directement lues à partir des droites d'étalonnage établies, de la forme $Abs = a \times [Catéchine] + b$.

La concentration de l'échantillon est alors exprimée en mg d'équivalent de l'étalon par 100 grammes d'extrait sec ou de matière sèche.

La courbe d'étalonnage est tracée à partir d'une solution de catéchine allant de 0 à 75 mg/ml (Figure 28).

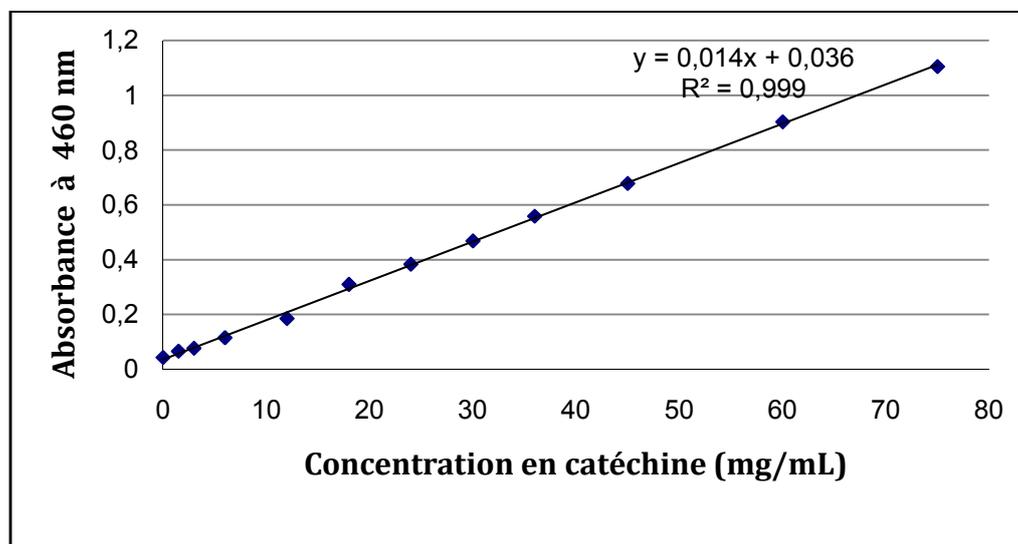


Figure 28 : Courbe d'étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavanols totaux.

Les quantités de flavanols totaux obtenues sont calculées grâce à la courbe étalon, et à partir des absorbances de chaque extrait étudié à une concentration fixe.

5.5. Dosage des anthocyanes monomères totaux : méthode des pH différentiels

Le protocole utilisé au laboratoire est basé sur celui décrit par Lee (2005). Six tubes à hémolyse en verres ont été utilisés par extrait, à une concentration donnée. Trois d'entre eux sont dilués à l'aide de la solution de chlorure de potassium, tandis que les trois autres sont dilués avec la solution d'acétate de sodium. Le volume de l'extrait ne doit pas excéder 20 % du volume total. Les tubes sont ensuite placés à l'abri de la lumière durant 15 minutes, puis les absorbances sont lues à 520 nm et à 700 nm contre le témoin contenant de l'eau distillée.

Une solution aqueuse de chlorure de potassium à 0,025M sert de premier réactif. Ensuite, le pH de la solution est ajusté jusqu'à la valeur 1 à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique à 6 N.

Une solution aqueuse d'acétate de sodium à 0,4 M sert de second réactif. Le pH de la solution est ensuite ajusté à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique 6 N jusqu'à la valeur de 4,5.

Il s'agit ici d'un test différentiel. Ainsi l'absorbance finale est-elle obtenue par différence de l'absorbance mesurée aux différentes longueurs d'onde :

$$Abs = (Abs_{520} - Abs_{700})_{pH1} - (Abs_{520} - Abs_{700})_{pH4}$$

Le calcul de la concentration en Anthocyanes Monomères Totaux (AMT) permet d'obtenir des résultats qui sont exprimés en mg/l :

$$AMT = (Abs \times M \times DF \times 1000) / (\epsilon \times l)$$

AMT en mg EEC₃G/g d'extrait sec = anthocyanes monomères totaux (mg/l) / concentration de l'échantillon

AMT en mg EC₃G/g de matière sèche = AMT en mg/g d'extrait sec × 100 × Rendement d'extraction

Avec :

M = 449,2 g/mol, masse molaire de la cyanidine-3-glycosylée

DF : le facteur de dilution de l'échantillon analysé

l : la longueur de la cellule de mesure en cm

ε = 26.900 M⁻¹cm⁻¹ : le coefficient d'extinction molaire de la cyanidine-3-glycosylée

Les Anthocyanes Monomères Totaux (AMT) sont ensuite exprimés en mg/100 g de matière sèche (ms).

5.6. Dosage de proanthocyanidines (tannins condensés)

Le dosage des tanins condensés est basé sur la condensation des composés polyphénoliques (flavan-3-ols) avec la vanilline en milieu acide (Price et al., 1978).

La méthode d'estimation de la teneur en tanins condensés est décrite par Deshpande et Chetyan, (1985). Le réactif de la vanilline a été préparé par solubilisation de 4g de la vanilline dans 100ml de méthanol. 0,5ml de ce réactif est mélangé avec 350µl d'extrait. Après agitation, est ajouté

0,250 ml HCl concentré .Le tout est ensuite agité, puis incubé à une température ambiante pendant 30min, l'absorbance est mesurée à 500 nm. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent catéchine par 100 g de matière sèche à partir de la droite d'étalonnage (Figure 29).

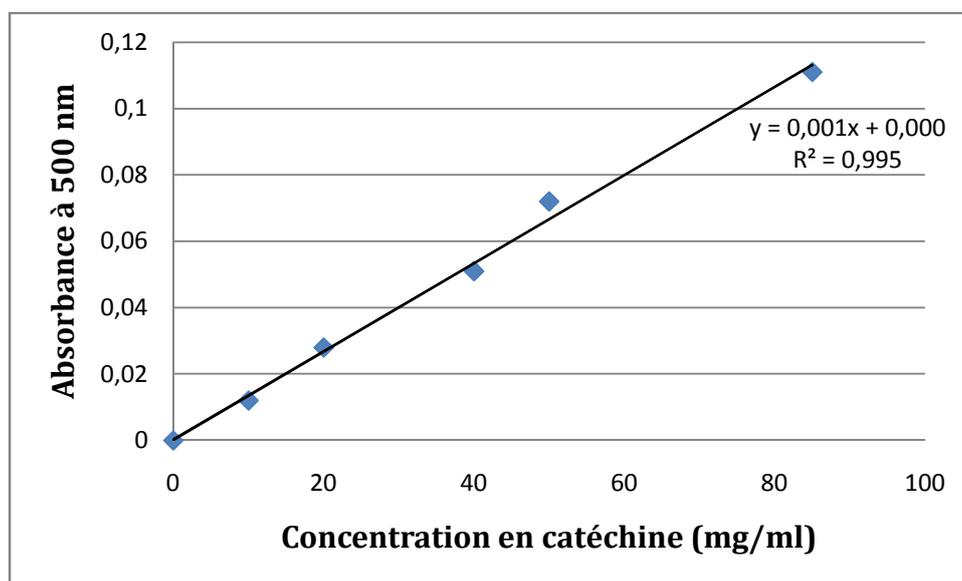


Figure 29: Courbe d'étalonnage pour le dosage tannins condensés.

5.6. Acide ascorbique

Le dosage est basé sur l'oxydation de l'acide ascorbique qui conduit à la réduction de 2,6-dichlorophénol indophénol (DCPIP) de couleur initiale bleue (forme oxydée) vers la couleur rose (forme réduite).

L'acide ascorbique a été déterminé par la méthode de Keller et Schwager (1977). En bref, 5 g d'échantillon de fruits séchés ont été homogénéisés avec 20 ml de solution d'extraction (5g d'acide oxalique et 0,75 g d'éthylène diamine tétra acétique(EDTA) dans 1000 ml d'eau distillée). Il a été centrifugé pendant 15 minutes à 6 000 x g: 8 000 tr/min et le surnageant a été recueilli. Le surnageant (1 ml) a été ajouté à du 2,6-dichlorophénol indophénol (DCPIP) (5 ml de 20 µg/ml), la solution a viré au rose. La densité optique du mélange a été prise à 520 nm (**Es**). Après avoir pris la densité optique (DO) du mélange, une goutte d'acide ascorbique a été ajoutée pour décolorer la couleur rose et à nouveau la DO a été prise à la même longueur d'onde (**Et**). La DO de la solution de DCPIP a également été prélevée à 520 nm (**Eo**). La courbe standard a été préparée en utilisant différentes concentrations (0,5 à 10 mg/ml). L'acide ascorbique a été déterminé en suivant Keller et Schwager (1977).

$$\text{Acide ascorbique (mg / 100 g ms)} = [((Eo-Es-Et) V / W) \times 100]$$

Où:

Eo = DO du blanc (nm)

Es = DO de l'échantillon végétal (nm)

Et = DO de l'échantillon + acide ascorbique (nm)

V = volume de l'extrait

W = poids de l'échantillon (g)

Pour la détermination de l'acide ascorbique a été utilisée la procédure suivante:

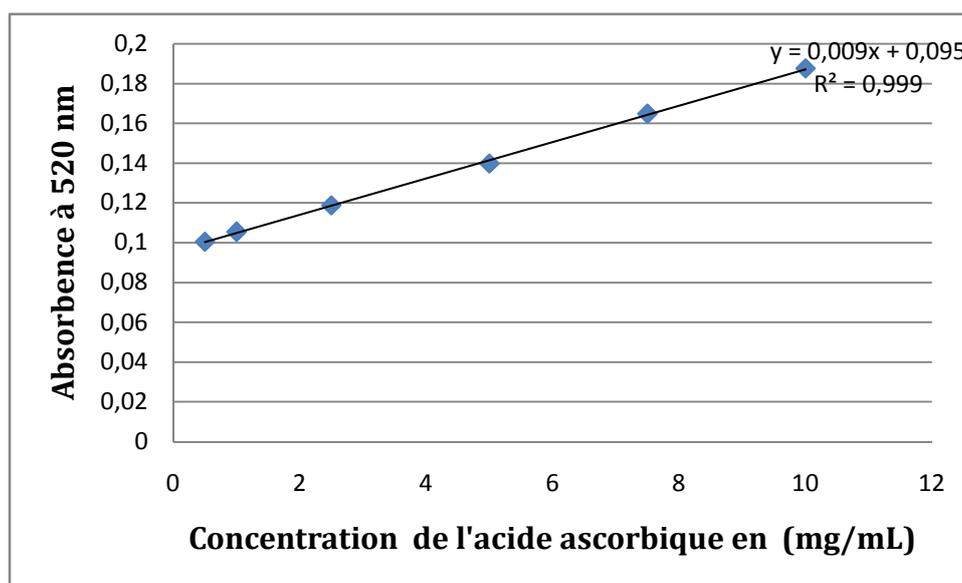
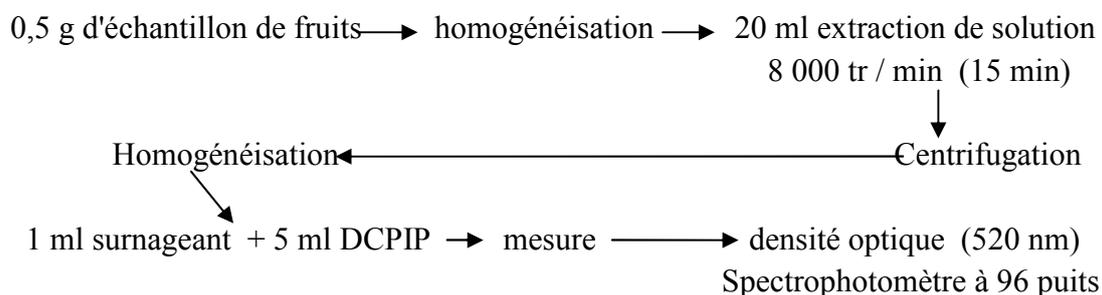


Figure 30 : Courbe d'étalonnage de dosage de l'acide ascorbique.

5.7. Détermination de β -carotène

Il n'est déterminé que pour le β -carotène total, il convient d'utiliser la méthode décrite par Speek et al. (1988). Elle est basée sur la saponification de l'échantillon, suivie d'une extraction organique où, après détermination du β -carotène total dans l'extrait, la spectrophotométrie est utilisée.

Préparation de β -carotène

Prendre 30 mg de β -carotène, compléter et homogénéiser jusqu'à 10ml avec n-hexane pour avoir une solution de 3 mg/ml.

Mode opératoire

-préparation des échantillons: pour chaque fruit ; il est nécessaire de répéter cette opération 5 fois.

-Saponification et extraction

- Peser 5 g de la partie comestible de chaque espèce ;
- Broyer l'échantillon ;
- Ajouter 0.25 g d'acide ascorbique, 50 ml de méthanol et 4ml d'eau bidistillée ensuite ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium 50%;
- La saponification dure de 15 à 45 min à une température de 80 à 100°C;

- **la β -carotène est** extrait de la solution de saponification à l'aide d'un solvant n-hexane 4 fois avec un volume de 50 ml ;
- Les extraits sont regroupés et lavés avec de l'eau distillée 4 fois avec un volume de 50 ml (Deymié, 1974 ; Bourgeois,2003).

Évaporation

- L'extrait est évaporé à l'aide d'un évaporateur, à une température ne dépassant pas 50 °C pour éliminer les traces d'eau.
- Concentrer l'échantillon jusqu'à un volume de 2ml (Deymié, 1974 ;Bourgeois,2003).

Dosage par spectrophotométrie

Dans cette méthode la lecture se fait à 445 nm.

Mode opératoire

Prélever 1ml de la solution à doser ;

Établir la gamme étalon en utilisant une solution mère 3mg/ml comme l'indique le tableau suivant :

Tableau 9 : Gamme étalon de β -carotène

N° de tube	1	2	3	4	5	6
Solution mère en ml	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
Hexane en ml	1	0.90	0.80	0.70	0.60	0,50
Concentration en mg/ml	0,0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,5
Densité optique (445 nm)	0	0.08	0.12	0.19	0.24	0.30

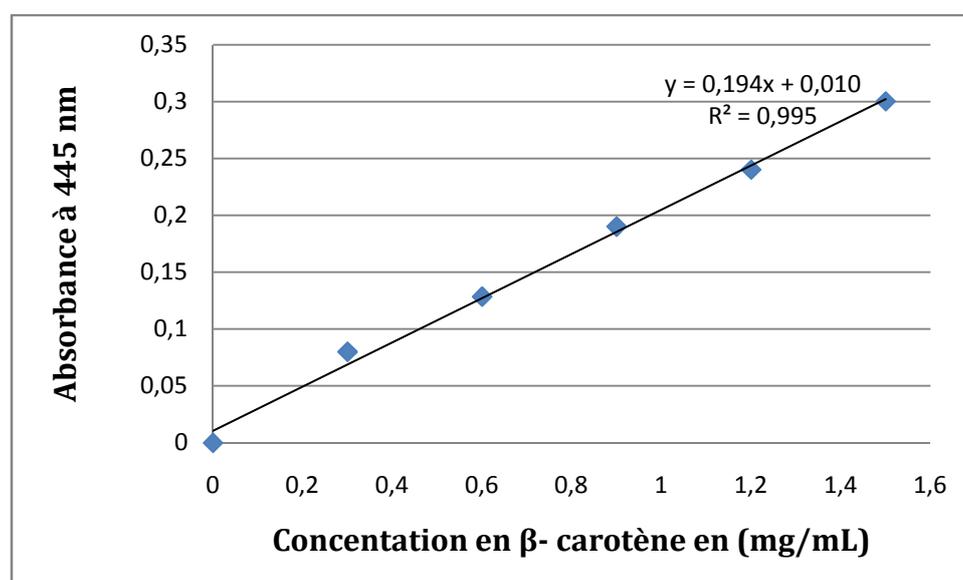


Figure 31: Courbe d'étalonnage de dosage de β -carotène.

5.8. Dosage de α -Tocophérol

Nous avons utilisé la méthode de dosage colorimétrique décrite par Kivçak et Eyakay(2005). Elle est basée sur la réduction du chlorure ferrique, mais aussi sur la réaction avec α,α' -dipyridine, qui, lui est en présence de réactif spécifique comme 2,2-dipyridyl. Ce dernier forme un complexe rouge instable dont le coefficient d'extinction molaire se situe à 522 nm.

Mode opératoire

Extraction

Un échantillon (100 g) de fruits frais, séchés par micro-onde à différentes puissances et lyophilisés a été extrait avec du n-hexane (2 à 600 ml d'abord pendant 5 heures, puis pendant 8 heures) sous agitation. Les phases organiques combinées ont été filtrées et distillées sous vide pour donner l'extrait, qui a été stocké à -20°C .

Réactifs et solvants

L' α -tocophérol (Sigma) a été utilisé comme étalon. Tous les solvants et réactifs étant de qualité analytique.

La préparation des échantillons s'est déroulée en dissolvant 40 mg des fruits frais et secs dans 10 ml dans un ballon volumétrique.

Réactif 2,2'-Dipyridyl

Le 2,2-Dipyridyle (0,125 g) est dissous dans 25 ml d'EtOH absolu, puis stocké dans un endroit sombre. Bouteille au réfrigérateur jusqu'à utilisation.

Réactif de chlorure ferrique

Du chlorure ferrique hexahydraté (0,2 g) est dissous dans 100 ml d'EtOH absolu. La solution est conservée dans le réfrigérateur jusqu'à son utilisation.

Procédure

Un spectrophotomètre de modèle (UV MC2 SAFAS, Monaco) a été utilisé. Les aliquotes (0,010, 0,015, 0,020 et 0,025 μl) d'une solution à 10 g/l d' α -tocophérol dans CHCl_3 ont été transférés dans une fiole jaugée et le volume a été ajusté à 8 ml avec CHCl_3 . Chacune des solutions et 1 ml de réactif 2,2'-dipyridyle ont été pipetés dans un volume de 10 ml-ballon et mélangés. Une portion de 1 ml de réactif au chlorure ferrique a été ajoutée aux 10 ml-flacon volumétrique et le mélange a été agité pendant 10 s. L'absorbance du mélange a été lue à 522 nm dans une cellule de 1 cm, 50 s après l'addition du chlorure ferrique. Un blanc était créé, en utilisant 8 ml de CHCl_3 , 1 ml de réactif 2,2'-dipyridyle et 1 ml de chlorure ferrique réactif. L'absorbance de cette solution a été mesurée à 522 nm contre un blanc. Ensuite, la courbe standard a été présentée dans la figure 32. La procédure décrite ci-dessus était suivie de l'utilisation de solutions d'échantillons de 5, 10,15 et 25 mg. La teneur en α -Tocophérol dans les extraits a été calculée à partir de l'équation de régression par courbe standard.

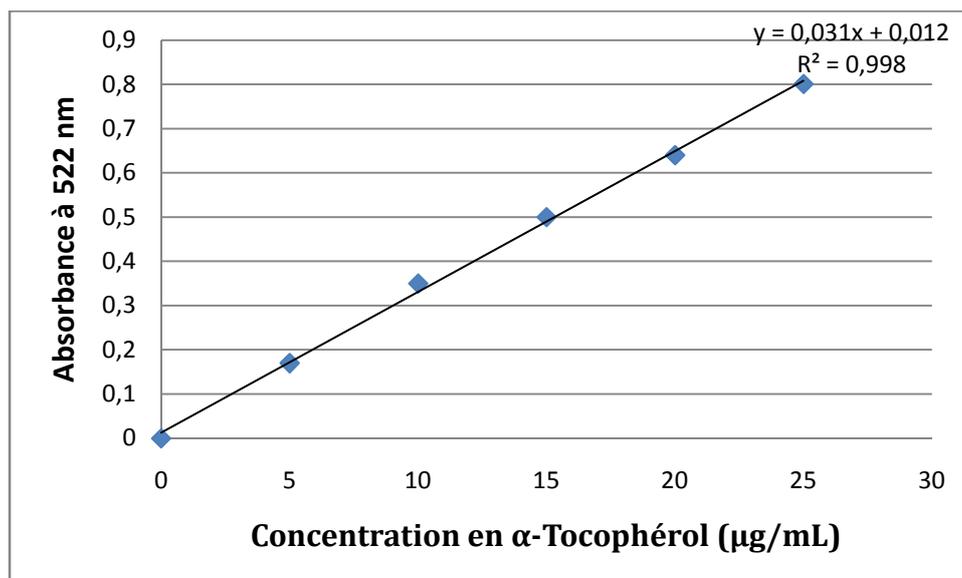


Figure 32: Courbe d'étalonnage de dosage de α -tocophérol .

6.Évaluation des activités antioxydantes du fruit étudié

6.1.Évaluation de l'activité antiradicalaire (Piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-pierylhydrazyl) en équivalent TROLOX[®] (TE) des échantillons :

Principe de réduction du DPPH

Pour évaluer l'activité antiradicalaire, nous avons utilisé la méthode du DPPH (2,2-diphényl-1-pierylhydrazyl). Le DPPH est un radical libre stable de couleur violacée qui absorbe à 517 nm. En présence des composés anti-radicalaires, le radical DPPH est réduit et change de couleur en virant au jaune. Le DPPH réagit avec un antioxydant par arrachement d'un hydrogène, il se forme alors le 2,2-diphénylhydrazine DPPH₂ (Figure 33).

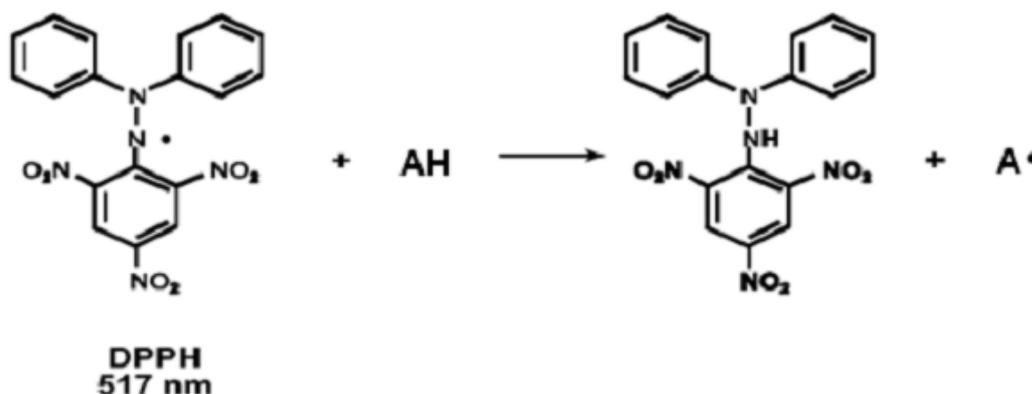


Figure 33: Forme libre et réduite du DPPH₂ (Brand-williams et al., 1995).

Le dosage du pouvoir antioxydant de l'extrait polyphénolique est déterminé en utilisant la méthode connue sous le nom de «capacité antioxydante », équivalente au Trolox TE ou TEAC qui permet d'évaluer l'inhibition du radical libre 2,2-diphénylhydrazine (DPPH.) relativement au Trolox (acide 6- hydroxyl 2, 5,7.8tetraméthylchroman-2- carboxylique) (Fattouch et al., 2007; Tuba et al., 2008). La solution de DPPH, préparée généralement dans le méthanol, présente une coloration

violacée caractéristique. L'activité anti-radicalaire des composés antioxydants peut être mesurée à 517 nm. Quand un électron ou un atome d'hydrogène migre vers le radical DPPH, l'absorbance à 517 nm diminue proportionnellement à l'augmentation des formes non radicalaires de couleur jaune pâle de DPPH-H (Tuba et Ilhami, 2008). Autrement dit, les antioxydants donneurs de protons, tels que les polyphénols, sont capables de réduire ce radical (DPPH \cdotDPPH $_2$), ce qui entraîne une diminution de son absorbance à 517nm (Brand et al.,1995 ; Molyneux, 2004).

La méthode est généralement standardisée par rapport à un antioxydant de référence, le Trolox qui est un dérivé de la vitamine E et de formule moléculaire C $_{14}$ H $_{18}$ O $_4$.

Mode opératoire

Le test de DPPH a été effectué selon le protocole de Bahorun et al.(2003) et Fattouch et al(2007) ;

- Préparation de la solution de DPPH à la concentration de 0.04 mM/ μ L dans du méthanol ;
- Préparation de la solution d'extrait dans du méthanol ;
- Préparation du microgamme du Trolox, uniquement dans le méthanol (standard)et selon différentes concentrations (0,02-0,16 μ g/ml);
- Un volume de 25 μ l des différentes concentrations de chaque extrait est ajouté à 1000 μ l de la solution du DPPH ;
- Pour chaque concentration un blanc est préparé ; pour ce qui concerne le contrôle négatif, en mélangeant 25 μ l de méthanol avec 1000 μ l de la solution de DPPH;
- Incubation pendant une heure à température ambiante, à l'obscurité ;
- Chaque concentration est répétée trois fois ;
- La lecture des absorbances est effectuée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

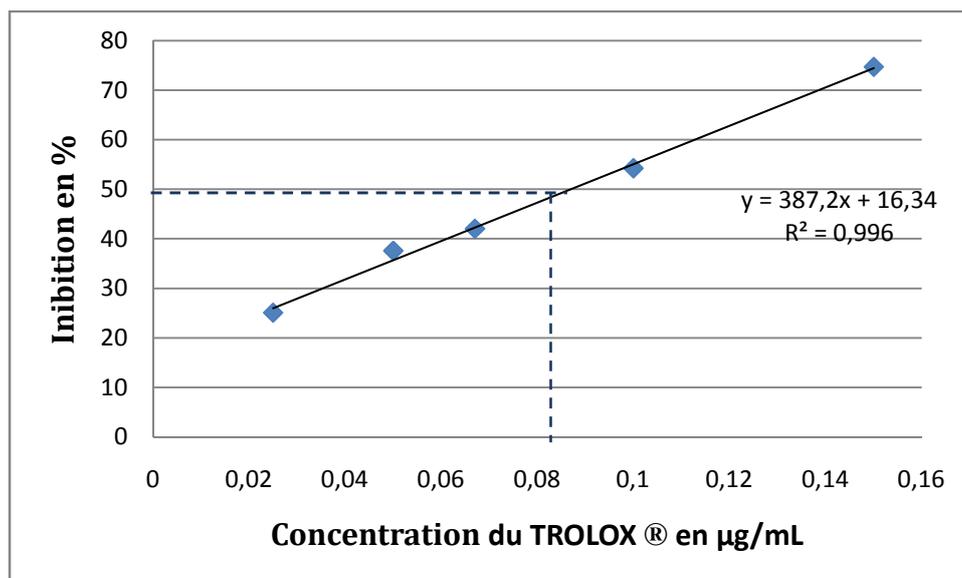


Figure 34 : Courbe d'étalonnage du pourcentage d'inhibition du DPPH $^{\circ}$ =f([Trolox]).

Ayant un coefficient R^2 proche de l'unité, la courbe obtenue est considérée fiable pour un usage ultérieur a fin de déterminer le potentiel antioxydant (en équivalent au Trolox TE ou TEAC *Trolox équivalent antioxidant capacity*). L'équation de la droite obtenue est :

$$\text{Équivalent au Trolox } (\mu\text{g}) = \% \text{ d'inhibition} \cdot 16,34 / 387,2$$

6.2. Test de la réduction du fer - Ferric Reducing-Antioxidant Power (FRAP)

Principe

Le pouvoir réducteur du fer (Fe^{3+}) dans les extraits est déterminé selon la méthode décrite par Benzie et Strain (1996) ; la méthode de la réduction du fer est basée sur la réduction de fer ferrique en sel de fer par les antioxydants qui donnent la couleur bleue (Tezcan et al., 2009), selon la figure 35.

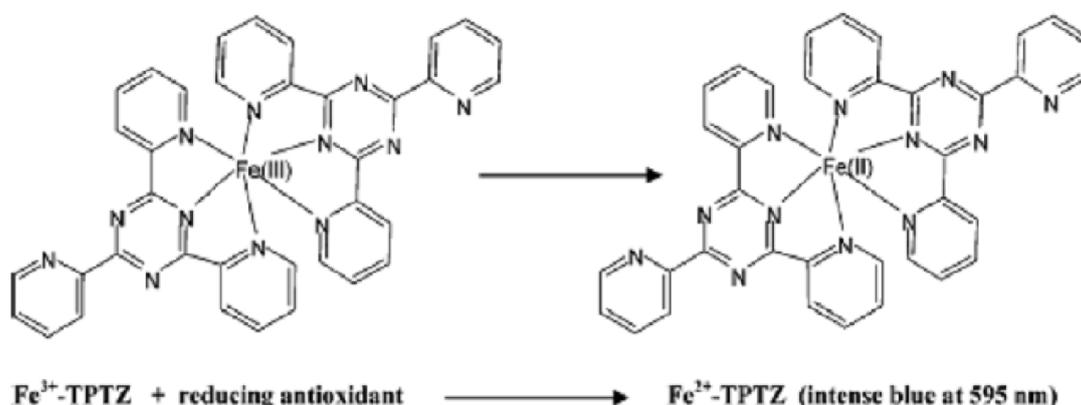


Figure 35 : Schéma sur la réaction au test FRAP (Ferric reducing antioxidant power). (Prior et al., 2005).

Préparation des réactifs

Préparation du tampon acétate de sodium $C = 300 \text{ mM}$, $\text{pH } 3,6$;

Dans une fiole jaugée, peser précisément 3,1 g d'acétate de sodium, rajouter environ 500 ml d'eau déminéralisée puis et 16 ml d'acide acétique.

Compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau déminéralisée. Vérifier le pH.

Préparation de la solution d'acide chlorhydrique $C = 40 \text{ mM}$

La concentration de la solution commerciale de HCL est 1M.

Pour préparer la solution d'HCL à 40 mM, diluer 1ml de la solution 1M dans une fiole de 25 ml, compléter avec de l'eau déminéralisée.

Préparation de la solution de 2, 4, 6- tripyridyl-s-triazine (TPTZ) $C = 10 \text{ mM}$ dans la solution d'HCl 40 mM

Dissoudre 32 mg de TPTZ dans 10ml de la solution de HCL 40mM

Préparation de la solution de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ à 20mM

Dissoudre 54 mg de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 10 ml de l'eau déminéralisée.

Préparation du réactif FRAP

Ce réactif doit être préparé sur place :

Dans un flacon adapté, verser les solutions préparées ci-dessus dans le rapport suivant :

25 ml de tampon acétate de sodium

2,5 ml de la solution de TPTZ

2,5 ml de la solution de Fe Cl₃. 6H₂O

Préparation d'une gamme étalon de Fe SO₄. 7H₂O

Les résultats sont calculés en utilisant une courbe d'étalonnage préparée à l'aide de différentes concentrations de FeSO₄. 7H₂O exprimées en Mmol Fe²⁺/l.

Préparer une solution mère à 0,61 g/l, soit 2200 µmol/l de FeSO₄. 7H₂O.

Diluer la solution mère au 1/2, 1/5, 1/6,67, 1/10, 0.075, avec le mélange méthanol/eau

Tableau 10: Gamme étalon de Fe SO₄. 7H₂O

<i>Volume de solution mère (µl)</i>	<i>500</i>	<i>200</i>	<i>150</i>	<i>100</i>	<i>75</i>
Volume eau/méthanol (6/4) (µl)	500	800	850	900	925
Dilution correspondante	1/2	1/5	15/100	1/10	0.075
Concentration molaire (µmol/l)	1100	440	330	220	165

Préparation des échantillons

- Diluer le jus de fruit avec du mélange v/v méthanol/eau(6 :4).

Réaction et lecture au spectrophotomètre

La mesure de l'absorbance est mesurée à **594 nm** après 5min de la réaction, les mesures sont réalisées avec n=3 répétitions.

- Faire l'auto zéro du spectrophotomètre sur deux cuves remplies de méthanol : eau (6 :4)

Toutes les mesures se font ensuite contre la cuve de référence qui contient le méthanol : eau (6 :4).

- Préparation du **blanc** : réactif FRAP.
- Préparation de l'**échantillon** : 1,5 ml du réactif FRAP + 50 µl de l'échantillon ou du standard.

Expression des résultats

Après lecture de la DO des différents échantillons dilués et du blanc, la concentration en MmoL de Fe²⁺/l est calculée d'après la courbe d'étalonnage obtenue, tout en tenant compte de la dilution.

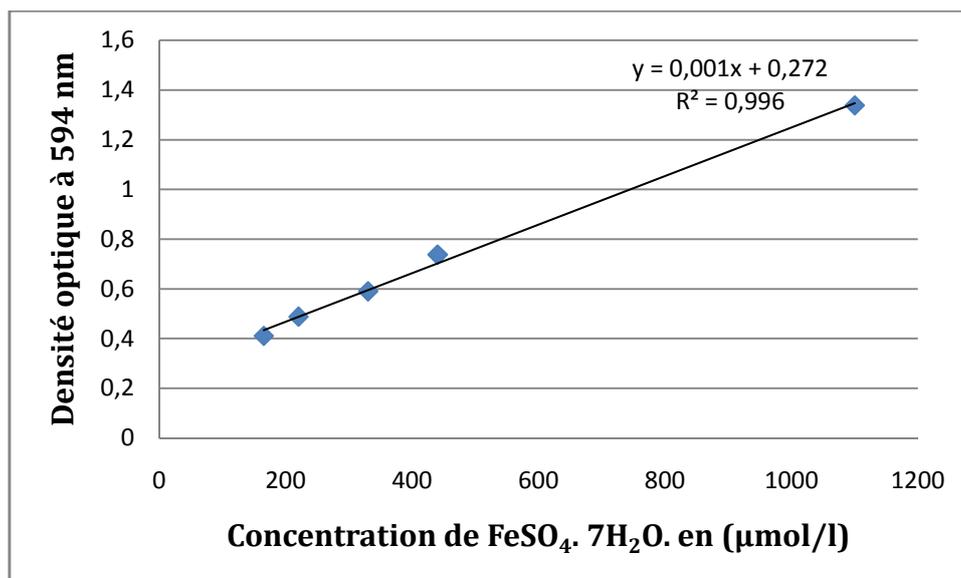


Figure 36 : Courbe d'étalonnage de de Fe SO₄. 7H₂O.

6.3. Oxygen Radical Absorbance Capacity (ORAC)

Principe

Il existe différentes méthodes pour déterminer le potentiel antioxydant des produits alimentaires, actifs, ingrédients,... : Le test TEAC/ABTS.+ *Decolorization Assay*, le test DPPH et le test ORAC.

Les antioxydants peuvent réduire les radicaux primaires par deux mécanismes :

par transfert d'électron singulet ou par transfert d'atome d'hydrogène.

Les méthodes ABTS. +*Decolorization Assay* (ou TEAC) et DPPH jouent sur le transfert de l'électron singulet, alors que la méthode ORAC joue sur le transfert d'un atome d'hydrogène (Figure 37).

La méthode *Oxygen radical absorbance capacity* (ORAC) est basée sur la décroissance de la fluorescéine en présence d'un oxydant chimique l'AAPH (un radical peroxy libre, stable). Dans ce test, est donc mesurée, la capacité d'un produit à protéger la fluorescéine et réduire la vitesse de dégradation de la fluorescence.

La méthode ORAC utilise la fluorescéine (FL) en tant que protéines fluorescentes. Le processus automatisé ORAC test est effectué sur un fluorimètre avec des filtres de fluorescence pour une excitation longueur d'onde, de 485 nm et une longueur d'onde d'émission de 535 nm (Davaloset al., 2005; Zulueta et al.,2009).

Mode opératoire

Préparation des solutions

-Préparation de la fluorescein FL

Le stock des solutions de FL est préparé en pesant 44mg de FL, puis en la laissant dissoudre dans 100ml du tampon phosphate PBS (75 mM, pH= 7), puis la plaçant ensuite dans l'obscurité et en réfrigération. La solution du travail (78 nM) est préparée quotidiennement par dilution de 0,167 ml de la solution du stock dans 25 ml du tampon phosphate.

- Préparation du tampon PBS

Pour préparer la solution tampon phosphate PBS (75 mM, pH= 7), il faut mettre dans 1000 ml d'eau déminéralisée, 8,13g de di-sodium hydrogénophosphate Na_2HPO_4 (anhydre) et 2,39 g de di-hydrogénophosphate de sodium NaH_2PO_4 (anhydre), auxquels sont ajoutés 67,16 g de chlorure de sodium NaCl. Le pH peut être ajusté en utilisant l'acide chlorhydrique ou l'hydroxyde de sodium.

-Préparation du radical AAPH

Le radical AAPH (221 mM) est aussi préparé quotidiennement en prenant 600 mg d'AAPH à faire dissoudre dans 10 ml de PBS.

-Préparation de la solution de Trolox

La référence standard utilisée était une solution à 20 μM de Trolox qui a été préparée journalièrement dans du PBS, à partir d'une solution à 1 mM mère de l'étalon conservé dans le congélateur à -20°C . Pour obtenir la solution mère à 1 mM, il faut peser exactement 20mg de Trolox, puis verser dans une fiole de 100ml et compléter par la solution PBS. Par la suite, il faut préparer une dilution de 1/50 pour obtenir une solution dosée à 20 μM de Trolox dans le PBS.

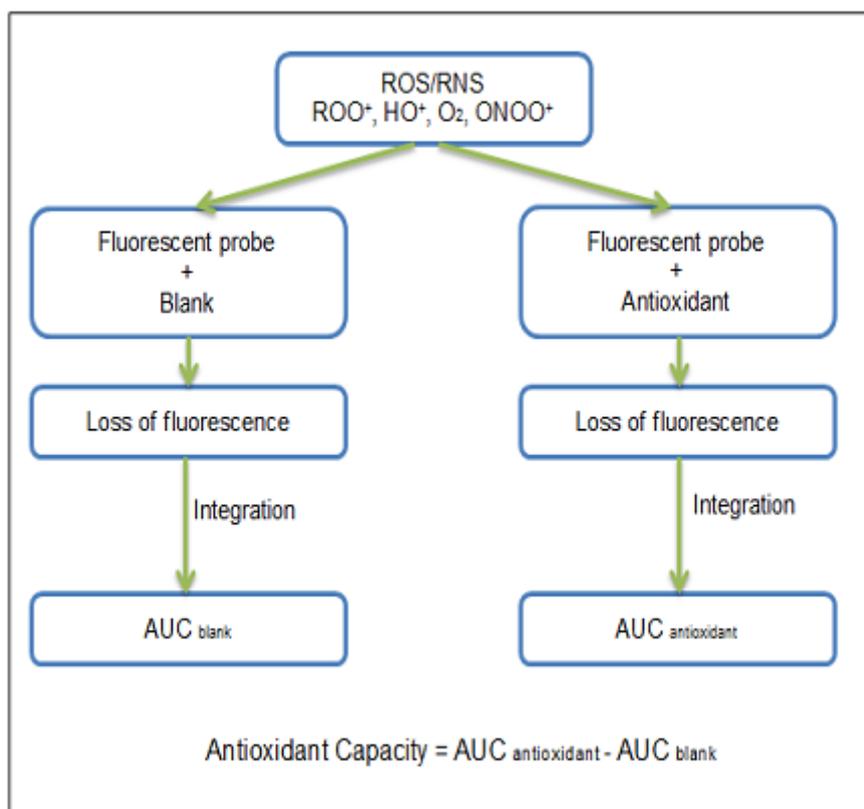


Figure 37 : Étapes de mesure de l'activité antioxydante selon le test ORAC (Zulueta et al., 2009).

Réaction et lecture au spectrophotomètre

La méthode utilise la *fluorescéine* FL comme protéine fluorescente.

L'analyse ORAC est extrêmement sensible, les échantillons doivent être très dilués pour éliminer les effets des interférences.

Blanc: 50 µl de FL (78nM) et 50µl de PBS+ 25 µl d'AAPH (221 mM)

Échantillons: 50 µl de FL (78nM) et 50µl de l'échantillon + 25 µl d'AAPH (221 mM)

Trolox: 50 µl de FL (78nM) et 50µl de Trolox 20 µM + 25 µl d'AAPH (221 mM)

Des variations de mesure entre un puits et un autre, peuvent survenir en raison de la faible conductivité des plaques polypropylènes. Pour éviter ce problème, la plaque a été chauffée à 37 °C pendant 15 min avant l'ajout d'AAPH.

Les analyses sont effectuées dans le laboratoire du Professeur D.Elothmani (Laboratoires pédagogiques et de l'Initiative de l'École Supérieure d'Agriculture (ESA), Angers, France). Pendant la mesure, les produits chimiques ont été agités en continu par un agitateur magnétique.

Les paramètres de fonctionnement pour la mesure étaient :

- Longueur d'onde d'excitation 485 nm
- Longueur d'onde d'émission 535nm
- Largeur de la fente d'excitation 20 mm
- Largeur de la fente d'émission 20 mm
- Température du bloc 37 °C

Une fois les lectures d'observation de fluorescence recueillies, la fluorescence relative a été calculée. Les valeurs ORAC, exprimées en µM équivalentes au Trolox (µM TE), doivent être calculées en appliquant la formule suivante:

ORAC (µM TE) = (CTrolox.(AUC sample- AUCBlanc).k)/(AUCTrolox- AUC Blanc).

Où là, nous avons :

- C Trolox qui est la concentration (µM) de Trolox (20 ml),
- k qui est le facteur de dilution de l'échantillon,
- l'ASC, elle, qui appartient à la zone en dessous de la fluorescence, selon la courbe de décroissance de l'échantillon en blanc et celle du Trolox, respectivement, calculées en appliquant la formule suivante, dans une feuille de calcul Microsoft Excel.

L'AUC est la concentration de Trolox qui a été tracée pour obtenir la courbe standard.

L'AUC, des échantillons d'extraits, est ensuite utilisée pour obtenir une activité antioxydante lorsqu'elle est interpolée à l'aide de la courbe standard. Cela donne une activité antioxydante (Valeur ORAC) comme équivalente au Trolox, dont de nouveau, le calcul est à exprimer par équivalence au Trolox (µM TE), pour 100 ml d'extrait.

AUC = [0.5 + f1/f0 + ... fi /f0 + ... + fn-1/f0 + 0.5 (fn/f0)] Δt (Ou et al., 2001).

f0: fluorescence initiale

fn : fluorescence dans le temps n

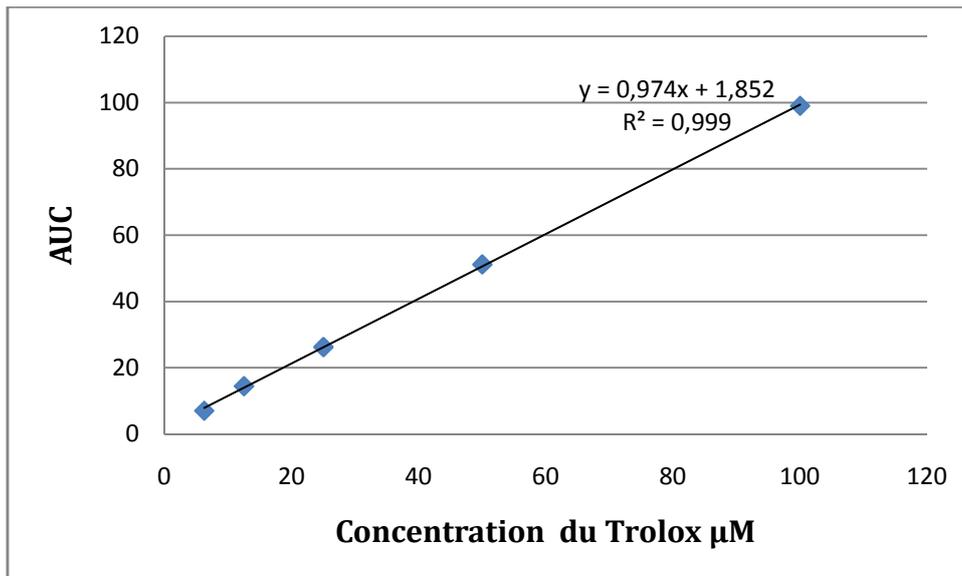


Figure 38: Courbe standard pour ORAC.

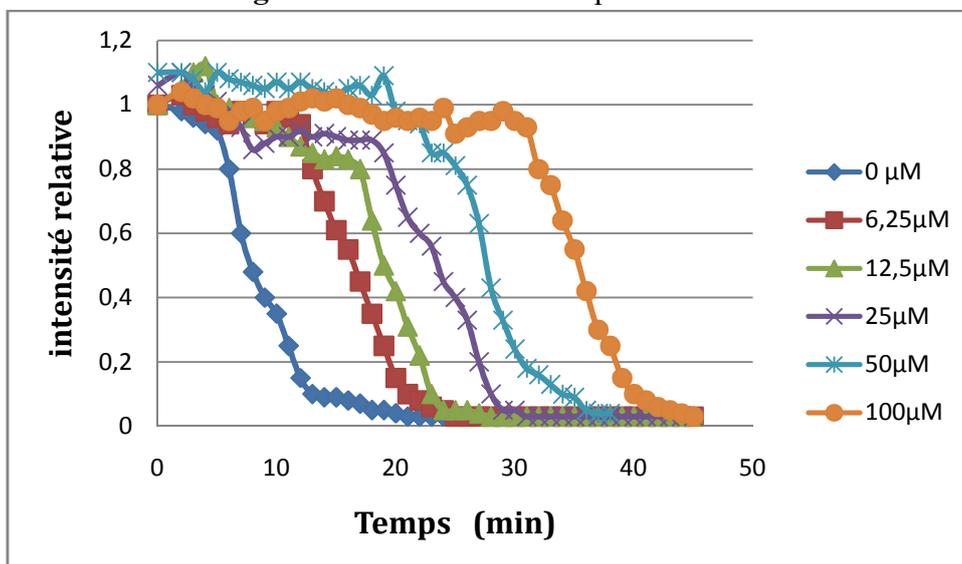


Figure 39 : Courbes de décroissances obtenues pour le Trolox.

7. Propriétés fonctionnelles

7.1. Capacité d'absorption d'eau et d'huile

Principe

La rétention d'eau ou d'huile par les poudres peut être expliquée par les faibles quantités d'eau liée, fortement structurée (0,2 à 0,5g/g de matière sèche)(Linden et Lorient, 1994)

Mode opératoire

Les mesures des capacités de rétention d'eau et d'huile sont effectuées selon la méthode de Phillips et al.(1988). Ainsi, 0,5g de farine est mélangé (M_0) à 3 ml d'eau ou d'huile et l'ensemble est mécaniquement agité pendant 30 min à l'aide d'un agitateur. Le mélange est ensuite centrifugé à 4500 tr/min pendant 30 min dans une centrifugeuse de type **SIGMA 3K20**. Le culot après centrifugation est pesé (M_1) mais pour permettre la mesure de la capacité de rétention d'eau. Il est d'abord séché à

105 °C à l'étuve pendant 30 min (M₂). Les capacités de rétention d'eau (CRE) et d'huile (CRH) sont calculées par les formules suivantes :

$$CRE\% = \frac{M2 - M1}{M1} \times 100 \qquad CRH\% = \frac{M1 - M0}{M0} \times 100$$

7.2. Solubilité

Principe

Il s'agit de la solubilité des protéines et leur capacité à se dissoudre dans l'eau. Cette solubilité est étudiée en fonction du pH, de la force ionique et de la température du milieu (Alain et Roudot, 2001).

Mode opératoire

Les mesures des capacités de rétention d'eau et d'huile sont effectuées selon la méthode de Fernandez-Kim (2004) :

- Peser 0,5 g du fruit (A) ;
- Ajouter ou verser 50 ml d'acide acétique 1% ;
- Bien mélanger dans un agitateur vibreur à 240 tours pendant 30 min ;
- Mettre dans un bain-marie pendant 10 min à 100°C ;
- Refroidir dans une chambre à T = 25 °C ;
- Centrifuger à 10000 tours /10 min ;
- Décompter le surnageant ;
- Prendre les particules qui sont rincées dans l'eau distillée pendant 25 min ;
- Centrifuge à 10000 tr/min ;
- Éliminer le surnageant et le culot séché à 60 °C pendant 24 h ;
- Peser le produit final (B).

$$Solubilité \% = \frac{A - B}{A} \times 100$$

7.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions

Principe

Les propriétés sont du à la facilité de réduire les tensions interfaciales entre composantes hydrophiles et hydrophobes ; elles sont souvent liées à la solubilité de la protéine dans l'eau (Alain et Roudot, 2001).

Mode opératoire

- Prendre cinq millilitres de partie de dispersion de fruit broyé dans l'eau ;
- Les homogénéiser avec 5 ml d'huile pendant 1 minute ;
- Les émulsions ont été centrifugées à 1100 tours pendant 5 minutes. La taille d'une couche émulsionnée et de celle du contenu total dans le tube a été mesurée.

L'activité d'émulsification a été calculée selon l'équation ci-dessous :

$$EA (\%) = \frac{\text{Taille émulsionnée dans le tube}}{\text{Taille de tout le contenu dans le tube}} \times 100$$

La stabilité d'émulsion a été déterminée en chauffant l'émulsion à 80°C pendant 30 min avant la centrifugation à 1100 tr/5min, à l'aide d'un bain marie.

$$EA (\%) = \frac{\text{Taille d'une couche émulsionnée après chauffage}}{\text{Taille d'une couche émulsionnée avant chauffage}} \times 100$$

7. 4.Capacité gélifiante

Principe

La **coagulation des protéines** est obtenue sous l'action d'agents physiques (température, agitation, ...) et chimiques (pH, enzymes, ...). L'action de ces agents sur les protéines aboutit à la modification de leur structure et favorise la formation des ponts disulfures entre leurs acides aminés soufrés : c'est la coagulation. Le réseau protéique ainsi formé, emprisonne, entre ses mailles, l'eau contenue dans l'aliment ; ce qui donne à l'aliment son aspect consistant : c'est le **gel** ou le **coagulum** (Marlène et Vierling, 2007).

Mode opératoire

La propriété de congélation a été étudiée en utilisant la méthode décrite par Coffman et Garcia (1977). Des suspensions témoins de 2-20% ont été préparées en eau distillée. Dix millilitres de chacune des dispersions préparées ont été transférés dans un tube à essai. Il a été chauffé sur un bain d'eau bouillante pendant 1 h, suivi du refroidissement rapide dans un bain d'eau froide. Les tubes à essai ont été ensuite refroidis à 4°C pendant 2 h, afin que la moindre concentration de congélation soit déterminée comme concentration, dès lors que l'échantillon provenant du tube à essai inversé n'a pas glissé ou n'est pas tombé.

$$\text{Capacité gélifiante}\% = \frac{h1}{h2} \times 100$$

h1 : hauteur de la couche gélifiée dans le tube (ml)

h2 : hauteur de tout le contenu dans le tube (ml)

7. 5. Capacité moussante et stabilité des mousses

Principe

Une mousse est une dispersion d'un gaz dans un liquide. Le foisonnement, défini comme l'augmentation de volume, est la capacité à produire une mousse. (Marlène et Vierling, 2007).

La mousse est un ensemble de bulles de gaz dispersées dans un liquide, séparées les unes des autres par des films d'épaisseurs plus ou moins grandes. Le gaz est introduit dans un liquide, soit par un ou plusieurs orifices ou à travers un verre fritté (Bullage), soit lorsque, gaz et liquide sont agités ensemble et simultanément (Battage, agitation) (Linden et Lorient, 1994) .

Mode opératoire

La capacité et la stabilité ont été étudiées par la méthode de Coffman et Garcia (1977).

- Un poids connu de l'échantillon a été dispersé dans 100 ml l'eau distillée ;
- La solution résultante a été homogénéisée pendant 5 minutes à grande vitesse, à l'aide d'un mixeur ;
- Le volume de moussant a été alors mesuré après 0, 10, 20, 30, 40, 60, 120, minutes, pour l'étude de la stabilité de la mousse.

Le pourcentage d'augmentation de volume a été calculé selon l'équation suivante :

L'effet de la concentration en sel sur les propriétés écumantes a été effectué en remplaçant l'eau distillée et désionisée par diverses concentrations en sel.

$$\text{Capacité moussante \%} = \frac{\text{Vol. après homogénéisation} - \text{Vol. avant homogénéisation}}{\text{Vol. avant homogénéisation}} \times 100$$

7.6. Viscosité

La rhéologie étudie les phénomènes de déformation et d'écoulement des solides et des fluides sous l'influence des forces mécaniques. La viscosité caractérise la résistance opposée à un écoulement.

Les viscosités des extraits des fruits frais, secs, ont été déterminées en utilisant un Rhéomètre Gemini 150, numérique ; trois lectures en pascal-seconde (mPa·s) ont été prises par échantillon et enregistrées sur l'ordinateur.

7.7. pH

La mesure de pH permet la détermination du potentiel d'hydrogène par la mesure de la concentration de l'ion hydronium H_3O^+ ($\text{pH} = \log [\text{H}_3\text{O}^+]$). La détermination du pH se fait par mesure directe à l'aide d'un pH-mètre.

Le mélange, de 1g de fruit broyé et de 3ml d'eau distillée, était homogénéisé et à l'aide d'un pH mètre de type HANNAHI 2210, est notée l'évolution du pH5 (AFNOR NF V 50-108).

7.8. Mesure de l'indice réfractométrique (°Brix)

Le pourcentage des solides solubles est déterminé à l'aide d'un réfractomètre. La limite de séparation, entre la zone claire et celle foncée sur l'échelle du réfractomètre, indique la grandeur de réfraction de la lumière qui est fonction du pourcentage de matière sèche soluble contenue dans les extraits, appelée indice réfractométrique (IR) (Refracto 30PX) ou degré Brix (AFNOR NF V 50-109).

8. Analyse statistique

L'analyse statistique des résultats a été réalisée à l'aide du logiciel XLStat 2009. L'hypothèse d'égalité des moyennes a été testée par analyse de variance. Les moyennes significativement différentes ont été comparées par la méthode de **Newman et Keuls** au seuil $P < 0,05$.

CHAPITRE II:

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Chapitre II

Résultats et discussion

2.1. Rapports partie comestible/fruit, noyau/fruit et amande/noyau

Les résultats des rapports entre partie comestible/fruit, noyau/fruit et amande/noyau sont résumés dans les tableaux 11 et 12, Ces résultats sont la moyenne de 50 répétitions de pesée.

Tableau 11 : Masse (mg) moyenne des deux fruits étudiés

Fruit	Masse en mg (Moyenne ± Ecart type)
<i>Crataegus azarolus L.</i>	550,00 ± 12,16
<i>Elaeagnus angustifolia L.</i>	141,13±4,20

Tableau 12: Rapports : partie comestible/fruit ; noyau/fruit et amande/noyau de deux fruits étudiés

Fruit	Rapport%(Moyenne ± Ecart type)		
	Partie comestible/fruit	Noyau/fruit	Amande/noyau
<i>Crataegus azarolus L.</i>	77,5±8,40	24,30±4,60	7,71±0,84
<i>Elaeagnus angustifolia L.</i>	56,70±5,28	24,76±4,92	5,76±0,97

2.1.1. *Crataegus azarolus L.*

Ayant une masse moyenne de 550 mg, comparée à celle donnée par Koyunco et al. (2006); de valeur 216 à 758 mg et Giargio et al. (2004), qui est de 117 à 557mg. C'est un fruit d'une valeur élevée où le rapport (partie comestible/fruit=77,50±8,40%) est très élevé (tableau 11).

2.1.2. *Elaeagnus angustifolia L.*

L'olivier de Bohême possède un poids moyen de 141,13 mg qui est largement inférieur à celui de l'argousier considéré comme espèce très proche (Li, 2002).

L'importance de la proportion pulpe/fruit (56,70±5,28%) encourage sa consommation à l'état frais et son utilisation industrielle. Il est à remarquer le faible pourcentage amande/noyau=5,76±0,97% comparé à celui des cerises (9,53 %) mentionnée par Abdeddaim (2002).

2.2. Teneur en eau

Tableau 13 : Teneur en eau dans la pulpe de deux fruits analysés (g/100g).

Fruit	Teneur en eau (Moyenne ± Ecart type)	Teneur en matière sèche (Moyenne ± Ecart type)
<i>Crataegus azarolus L.</i>	70,22±8,06	29,78±8,06
<i>Elaeagnus angustifolia L.</i>	19,17±3,97	80,83±3,97

Globalement, pour les deux espèces fruitières étudiées, les teneurs en eau de la pulpe des fruits échantillonnés ont été comprises entre (20 et 70) % de la matière fraîche (Tableau13). Les parties comestibles des fruits de l'olivier de Bohême présentent une teneur comprise entre 15,20 et 23,14% de matière fraîche, ce qui traduit le caractère non succulent de ces fruits chez les quels la maturité coïncide avec un état de déshydratation avancé de la pulpe, d'où leur qualification de fruits secs ou demi secs donnée par rapport aux fruits charnus de l'azerolier qui sont riches en eau (70 % de matière fraîche). Ces fruits possèdent l'avantage de pouvoir être aisément conservés, donc pouvoir être consommés durant plusieurs mois et ainsi pouvoir être utilisés pour un usage industriel. Les écarts de teneur en eau observés au sein d'une même espèce pourraient être expliqués par des stades de maturité différenciés liés à la phénologie des arbres et aux conditions climatiques.

2.3. Antioxydants de deux fruits étudiés

2.3.1. Propriétés antioxydantes de deux fruits frais

Les résultats obtenus pour les composés phénoliques totaux sont significativement différents ($P < 0,05$) entre les deux fruits. La meilleure teneur en polyphénols totaux est représentée par le fruit *C.azarolus* avec une valeur égale à $445,16 \pm 14,24$ mg EAG/100g ms, quant à *E.angustifolia*, elle est égale à $420,57 \pm 0,002$ mg EAG/100g ms (Figure 40). Ces variations sont probablement à l'espèce, stade de maturation du fruit et à leur origine géographique.

L'étude statistique a révélé des différences significatives ($P < 0,05$) entre les deux fruits étudiés ; la meilleure teneur en flavonoïdes correspond au fruit *C.azarolus* avec une valeur égale à $177 \pm 8,48$ (mg EAG/L ms). *E.angustifolia*, ne présente que $143,25 \pm 12,69$ (mg EQ/L ms) (Figure 40). D'après Chun et al. (2005), la stabilité des flavonoïdes peut être influencée par les conditions climatiques et le degré de maturité des fruits.

Concernant le taux des flavan-3-ols, l'azérole présente une valeur de $6,19 \pm 1,22$ EC mg /g ms nettement supérieure à celle de l'olivier de Bohême qui n'est que de $0,48 \pm 0,00$ EC mg /g ms (figure 40). L'analyse statistique des résultats révèle des différences significatives ($P < 0,05$) entre les taux des flavan-3-ols des deux fruits.

En ce qui concerne les teneurs en anthocyanidines, le fruit d'azérole présente encore une fois une meilleure teneur de $2,40 \pm 0,70$ mg Cyanidine chloride/ 100 g ms. contre uniquement $1,4 \pm 0,00$ mg Cyanidine chloride/ 100 g ms pour l'olivier de Bohême (figure 40). L'analyse statistique des résultats révèle des différences significatives ($P < 0,05$) entre les deux fruits.

C.azarolus est trois fois et demi plus riche en tannins condensés avec une valeur égale à $259,87 \pm 6,75$ (g EC/100g ms) que *E.angustifolia*, qui ne présente qu'une concentration de $74,25 \pm 05,00$ (g EC/100g ms) (Figure 40).

L'analyse de la partie comestible a révélé la richesse des pulpes des deux fruits étudiés en α -tocophérol (Figure 40).

Selon Cuvelier et al.(2003),la nature de la répartition des α -tocophérols au sein des végétaux serait principalement due à la variabilité de la teneur dans l'échantillon. Elle dépendrait de plusieurs facteurs (climatiques, géographiques, nature des organes). En général, la pulpe des fruits contient de faibles quantités de tocophérols. La teneur en β -carotène a été très variable d'une espèce à l'autre. Le fruit est un peu riche a été l'olivier de Bohême qui a présenté 3,83 mg de β -carotène·100 g⁻¹ de matière sèche alors que le fruit d'azérole n'en contenait que 3,4 mg de β -carotène·100 g⁻¹ de matière sèche (Figure40). Les variations de la teneur en carotène dépendraient de plusieurs facteurs ; l'un d'entre eux serait le degré de la maturation des fruits (Cuvelier et al. ,2003).

Pour les deux fruits étudiés, la teneur en vitamine C a été approximativement de 7 mg·100 g⁻¹ de matière sèche (Figure 40). Le taux de vitamine C de l'azérole un légèrement plus élevé que celui du fruit d'olivier de Bohême.

Ces résultats pourraient expliquer en partiel'utilisation de ces fruits par les praticiens de la médecine traditionnelle.

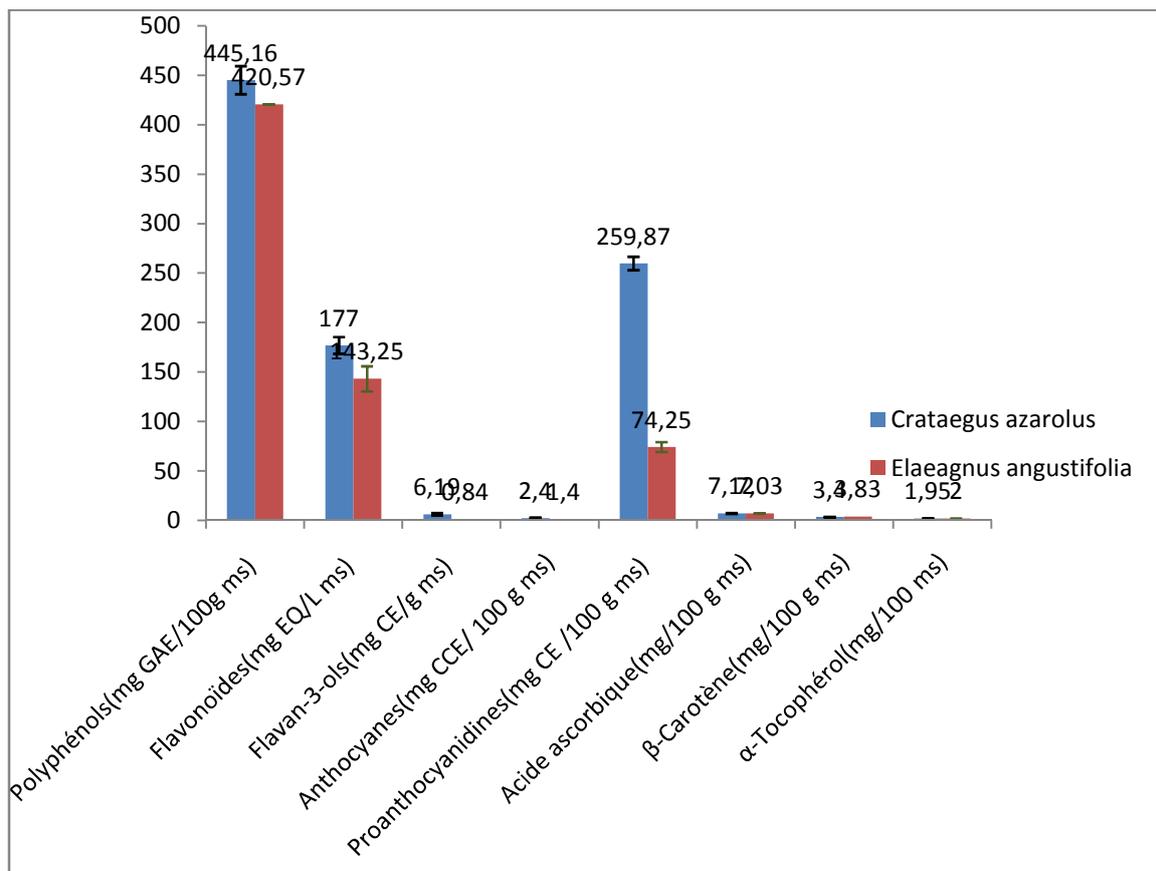


Figure 40 : Polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanes, proanthocyanidines, acide ascorbique, β -Carotène and α -Tocophérol des deux fruits d'azérole et olivier de Bohême frais.

2.3.2. Activité antioxydante des deux fruits frais étudiés

Tableau 14 : Activité antioxydante d'azérole et olivier de Bohême évaluée par les tests DPPH, FRAP et ORAC.

Fruits	DPPH ($\mu\text{g TE} / \text{g ms}$)	FRAP ($\mu\text{M Fe(II)/g ms}$)	ORAC ($\mu\text{M TE/g ms}$)
<i>C.azarolus</i>	52,70 \pm 14,75 ^b	49,860 \pm 8,59 ^b	55,75 \pm 0,32 ^a
<i>E.angustifolia</i>	77,87 \pm 1,91 ^a	291,15 \pm 57,00 ^a	604,3 \pm 3,10 ^b

a,b : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(**méthode de Newman et Keuls**)

Les résultats des trois tests effectués ont révélé que l'azérole est doué d'une plus forte activité antioxydante. En effet ce dernier est doté d'une capacité de piégeage des radicaux libres, évaluée par le test du DPPH de 52,70 $\mu\text{g TE} / \text{g ms}$ contre 77,87 $\mu\text{g TE} / \text{g ms}$ pour l'olivier de Bohême (Tableau 14) d'un plus fort pouvoir réducteur du fer mesuré par le test FRAP (et c'est la pulpe qui détient l'effet chélateur le plus puissant) et d'un indice d'ORAC moyen de 55,75 $\mu\text{moL TE} / \text{g ms}$ beaucoup moins élevé que celui de l'olivier de Bohême qui n'était que de 604,3 $\mu\text{moL TE} / \text{g ms}$.

2.3.3. Propriétés fonctionnelles des deux fruits frais étudiés

L'évaluation des propriétés fonctionnelles des deux fruits frais étudiés a montré des capacités d'absorption en eau du même ordre pour les deux fruits étudiés est qui étaient de 220,93% pour (*Elaeagnus angustifolia*) et 210,20 % pour (*Crataegus azarolus*).

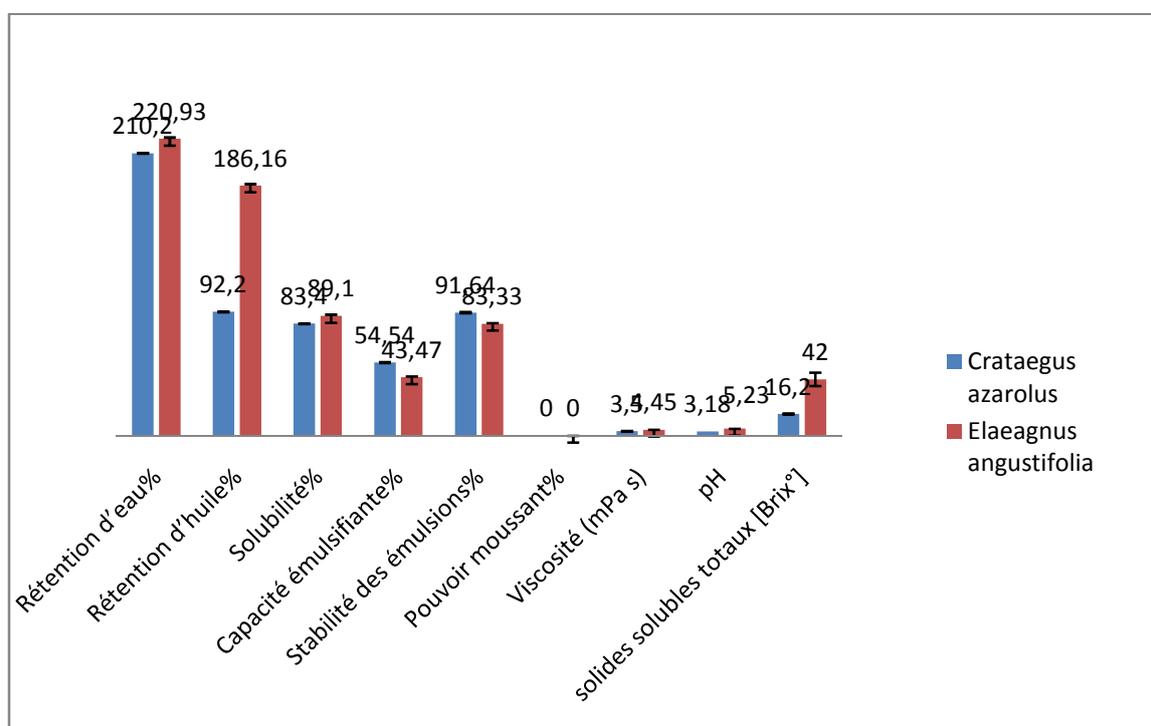


Figure 41 : Capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité et pH du fruit d'azérole et olivier de Bohême

Cependant La capacité d'absorption en huile de *Elaeagnus angustifolia* de 186, 16 % est double de celle de *Crataegus azarolus* (92,2%). Leurs solubilités respectives étaient de 89,1% et de

83.40%. *Crataegus azarolus* a manifesté une capacité émulsifiante de 54,54% légèrement supérieure à celle d'*Elaeagnus angustifolia* (43,47%) et le pouvoir moussant est nul pour les deux fruits frais. La viscosité, le pH et TSS sont plus élevées pour les fruits des oliviers de Bohême comme le montre la figure 41.

2.4. Etude de la cinétique du séchage des deux fruits étudiés

2.4.1. Cinétique du séchage de *Crataegus azarolus* L.

La figure (42) décrit l'évolution de Kg d'eau/Kg de ms en fonction du temps pour les différentes puissances (100, 180, 300, 450, 600 et 900W) au cours du séchage.

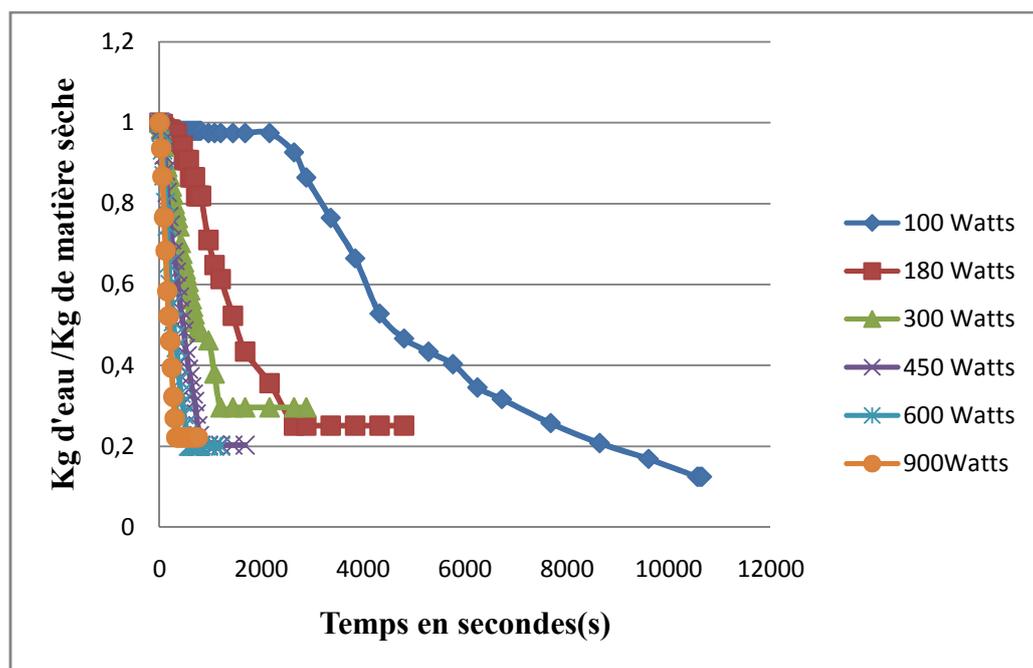


Figure 42 : Effets de la puissance des micro-ondes sur les cinétiques de déshydratation du fruit (*Crataegus azarolus* L.)

La figure 42 présente l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les différentes puissances (100, 180, 300, 450, 600 et 900W). Dans le cas du séchage du fruit par micro-onde à 100, nous observons deux phases distinctes :

- La première phase présente une forte évaporation d'eau libre du produit pour toutes les puissances. Les caractéristiques de séchage sont également influencées par le diélectrique de matériel (facteur de perte) et par les propriétés thermiques (Chaleur latente de la vaporisation, point d'ébullition). Au début le contenu en eau était élevé, et plus d'énergie de micro-onde a été absorbée; l'azérole a été réchauffé, et donc l'évaporation de l'eau a été accélérée. Nous pouvons en tirer les conclusions suivantes :
- Le temps de séchage diminue avec l'augmentation des puissances du micro-onde.
- La deuxième phase présente l'évaporation de l'eau qui commence à diminuer après environ (1240 sec) de séchage pour les puissances 180,300,450, 600 et 900W est presque (4000 sec)

pour 100W l'évaporation d'eau se fait presque à une vitesse constante jusqu'à la stabilité finale. La teneur en eau d'azérole a diminué, la quantité d'énergie de micro-onde nécessaire pour l'évaporation de l'eau a diminué et par conséquent, l'évaporation d'eau a diminué.

Le ralentissement commence lorsqu'il n'y a plus d'eau libre en surface. Et pour 100W l'absence de diminution de l'évaporation à cause de l'établissement d'un équilibre entre l'énergie fournie par les micro-ondes et la quantité d'eau libre dans le produit jusqu'à la diminution totale de cette quantité d'eau.

La puissance des micro-ondes a une grande influence sur l'évolution et sur le temps du séchage du *Crataegus azarolus* L.

2.4.2. Cinétique du séchage d'*Elaeagnus angustifolia* L.

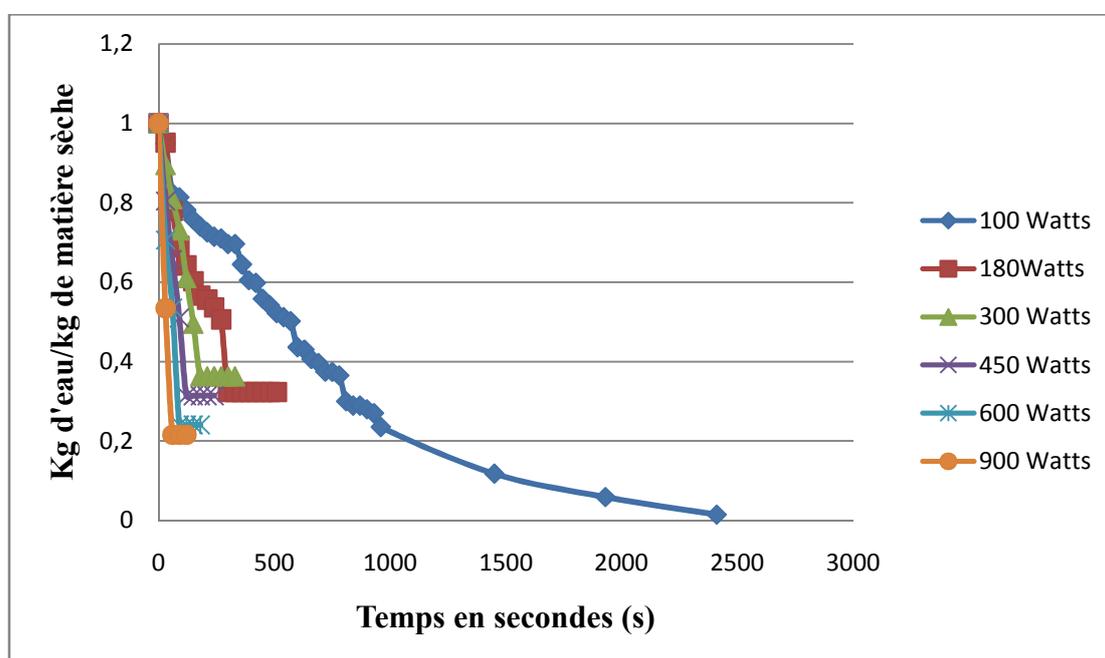


Figure 43 : Effet de la puissance des micro-ondes sur les cinétiques sur la cinétique de séchage du fruit de l'olivier d'olivier de Bohème.

Au cours de la première phase du séchage, on observe une forte évaporation d'eau libre du produit pour les six puissances. Les caractéristiques de séchage sont également influencées par le diélectrique de matériel (facteur de perte) et par les propriétés thermiques (chaleur latente de la vaporisation, point d'ébullition). Au début le contenu en eau était élevé dans l'olivier de Bohème, et une grande quantité d'énergie de micro-ondes a été absorbée. Le réchauffement du fruit a conduit à une accélération de l'évaporation d'eau.

Le temps du séchage diminue avec l'augmentation des puissances et donc avec la quantité d'énergie fournie par les micro-ondes.

La perte de masse présente la première phase du séchage, l'eau qui s'évapore de la surface du produit constitue l'eau libre (renouvelée par la montée capillaire de l'eau libre interne (Cheftel et al., 1977)).

Dans la deuxième phase du séchage, la perte de masse commence à diminuer après environ 210 sec de séchage pour les puissances 450, 600 et 900W et presque (930 sec) pour 180 et 300W mais pour 100W l'évaporation d'eau se fait presque à une vitesse constante jusqu'à la stabilité finale lorsqu'il n'y a plus d'eau libre en surface. Si l'on admet, par un raisonnement simple, que l'eau libre migre dans le produit à l'état liquide et l'eau liée à l'état vapeur, on est conduit à l'idée d'un « front de vaporisation » qui s'enfonce progressivement dans le produit (Bimbenet et al., 2002).

L'influence de la puissance des ondes sur la cinétique de séchage est toujours importante. Dans tous les cas une augmentation de la puissance se traduit par une diminution de la teneur en eau.

La durée du séchage n'est pas la même pour les différentes puissances, la fin de séchage correspond à un poids constant de l'échantillon.

Cette étude a montré que, dans les conditions indiquées, la quantité d'eau éliminée augmente avec la puissance des micro-ondes.

Les courbes de séchage des deux fruits ne présentent pas des périodes constantes. Les fruits d'azéroles ont montré une plus longue période de séchage que les fruits d'oliviers de Bohême.

2.5. Effet du séchage sur les composés phénoliques des deux fruits

Après l'enregistrement des chromatogrammes, leur traitement est exploité en utilisant le logiciel Chem Station (Agilent, Allemagne).

2.5.1. Identification et quantification des composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* par l'analyse chromatographique (HPLC)

Les chromatogrammes illustrant les pics correspondant aux différents composés phénoliques des fruits étudiés sont montrés dans les figures **44 à 51**, tandis que le tableau 15 donne les concentrations des composés phénoliques individuels identifiés dans les fruits à l'état frais, secs (séchage par micro-ondes à différentes puissances) et lyophilisés.

Dans cette étude nous avons pu identifier et quantifier 21 composés phénoliques, qui sont des acides hydroxybenzoïques tels que les acides galliques et ellagiques. Acides hydroxycinnamiques tels que les acides chlorogéniques, caféiques, p-coumariques et féruliques, flavan-3-ols comme la catéchine et épicatechine, tels que la phloridzine, les flavonols comme la quercétine et flavonols glycosides tels que la rutine. Les quantités de tous les composés phénoliques sont plus élevées dans les fruits frais d'azéroles.

L'effet des méthodes de traitement sur la teneur en acides phénoliques du fruit de l'azérole est illustré par les figures 44 à 51. Ces derniers ont été observés pour tous les échantillons traités mais leurs taux différaient selon les traitements effectués.

Les phénols identifiés dans la pulpe séchée, comme il apparaît dans le tableau 15 comprennent les acides phénoliques (l'acide p-coumarique était le constituant principal suivi par l'acide benzoïque, l'acide sinapique, l'acide vanilique, l'acide caféique, l'acide chlorogénique, l'acide gallique et l'acide férulique. Cependant, on note l'absence des acides 4-hydroxybenzoïques).

La variation la plus importante a été observée pour la teneur en épigallocatechine et catéchine gallate, qui ont montré une augmentation significative après le séchage par exposition aux micro-ondes à différentes puissances ou par lyophilisation. Cette augmentation a été déjà signalée par Igual et al. (2012), pendant le séchage aux micro-ondes des abricots. Cette augmentation pourrait être liée à hydrolyse de la matrice de la pulpe du fruit azérole lors du processus de séchage (Esquenazi et al., 2002 ; Arslanet et Ozcan, 2010; Valadez-Carmona et al., 2016).

Les principaux phénols identifiés dans la pulpe du fruit azérole frais et séché comprennent l'acide phénolique (p-coumarique, acide benzoïque et acide sinapique), le flavan-3-ols (épicatechine et galloocatechine), flavonoïdes (isoquercétine), flavonols (rutine et hyperoside), stilbenoïdes (resvératrol), tannins (acide ellagique) et phloridzine (Tableau 15).

La plus forte concentration en rutine a été détectée dans le fruit séché par micro-onde à 300 W (36,38 mg / 100 g de ms) suivie par celle du fruit séché à 600W (35,93 mg / 100g de ms). Cette concentration a chuté jusqu'à 25,21 mg / 100g ms pour le fruit séché à 900 W et jusqu'à une très faible valeur dans le fruit séché à 450 W (6,68 mg / 100g de ms). On pourrait suggérer que la rutine aurait subi des réactions enzymatiques de dégradation / copigmentation avec d'autres molécules puisque les flavonols sont parmi les copigments les plus efficaces (Serratosa et al., 2008). D'autre part, l'acide p-coumarique a été détecté avec une faible concentration dans le fruit lyophilisé (0,09 mg / 100g de ms). Cela pourrait être dû au fait que l'exposition prolongée du fruit d'azérole à un traitement de séchage peut entraîner la formation de nouveaux composés (produits Maillard).

De même, la dégradation des acides hydroxycinnamiques pendant le séchage pourrait avoir été influencé par la polyphénoloxydase (PPO), par exemple, les acides hydroxycinnamiques pourraient d'abord être impliqués dans le brunissement enzymatique mais peuvent également se diffuser facilement car leur poids moléculaire est plus bas. Lors du séchage par lyophilisation, l'oxydation enzymatique par la polyphénol oxydase et la peroxydase peut résulter d'une faible exposition à l'oxygène (Gümüşay et al., 2015) et de la lésion de la structure cellulaire causée par la formation de cristaux de glace conduisant à l'exposition des phénoliques aux conditions oxydantes (Sogi et al., 2015).

Tableau 15 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les composés phénoliques du fruit d'azérole (mg/100g ms)

	Fruit frais	Fruit séché par micro-onde à différentes puissances (Watts)						Fruit lyophilisé
		100	180	300	450	600	900	
Acide phénoliques								
Acides hydrobenzoïques :								
Acide benzoïque	18,70±2,05 ^a	0,55±0,02 ^g	2,68±0,04 ^d	0,00±0,00 ^h	1,65±0,01 ^f	3,73±0,06 ^b	2,46±0,03 ^e	3,22±0,12 ^c
4- Hydroxybenzoïque	-	-	-	-	-	-	-	-
Acide vanilique	6,31±0,21 ^a	0,00±0,00 ^d	2,38±0,16 ^c	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	5,12±0,05 ^b
Acide gallique	1,32±0,11 ^a	0,14±0,02 ^c	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,378±0,21 ^b
Acides hydroxycinnamiques :								
Acide caféique	4,56±0,12 ^a	0,00±0,00 ^d	1,37±0,23 ^c	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	3,18±0,01 ^b
Acide chlorogénique	3,95±0,40 ^a	1,02±0,03 ^e	0,00±0,00 ^g	1,85±0,07 ^d	0,87±0,02 ^f	2,83±0,01 ^c	2,86±0,01 ^b	0,00±0,00 ^g
Acide férulique	1,00±0,05 ^a	0,70±0,08 ^d	0,71±0,12 ^b	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,70±0,10 ^c	0,00±0,00 ^f	0,20±0,00 ^e
Acide sinapique	14,70±3,15 ^a	1,26±0,05 ^f	1,85±0,01 ^d	2,02±0,04 ^c	1,01±0,07 ^g	0,00±0,00 ^h	1,69±0,08 ^e	2,87±0,12 ^b
p-coumarique	58,10±10,7 ^a	2,80±0,03 ^g	07,24±0,13 ^d	6,44±0,15 ^e	04,38±0,07 ^f	12,58±1,02 ^b	10,94±0,01 ^c	0,09±0,02 ^h
flavonoïdes :								
Isoquercétine	19,11±4,08 ^a	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,93±0,12 ^d	8,74±1,04 ^b	6,32±1,06 ^c	0,66±0,03 ^e
Favonols								
Rutine	70,80±6,90 ^a	10,66±2,09 ^g	23,05±1,03 ^e	36,38±0,23 ^b	6,68±0,11 ^h	35,93±0,03 ^c	25,21±0,10 ^d	18,16±0,23 ^f
Quercétine	0,47±0,00 ^a	0,00±0,00 ^f	0,31±0,04 ^d	0,37±0,03 ^c	0,53±0,01 ^e	0,47±0,00 ^a	0,45±0,01 ^b	0,00±0,00 ^f
Hyperoside	18,49±3,54 ^a	1,23±0,05 ^h	5,16±0,23 ^f	11,89±0,55 ^b	3,16±0,50 ^g	8,36±0,67 ^c	7,18±0,09 ^e	8,07±0,06 ^d
Antocyanines :								
Ideain chloride	-	-	-	-	-	-	-	-
Flavan-3-ols:								
Gallocatechine	14,94±2,34 ^a	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Galloépicatéchine	-	-	-	-	-	-	-	-
Catéchine	-	-	-	-	-	-	-	-
Epicatéchine	6,44±0,50 ^a	1,05±0,01 ^f	3,11±0,04 ^b	2,84±0,05 ^c	0,61±0,00 ^g	1,54±0,02 ^e	1,58±0,02 ^d	0,00±0,00 ^h
Epigallocatechine	0,00±0,00 ^c	0,02±0,00 ^c	0,14±0,02 ^b	0,01±0,00 ^d	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	5,38±0,03 ^a
Catéchinegallate	0,00±0,00 ^f	0,64±0,07 ^f	1,18±0,05 ^b	0,00±0,00 ^f	0,71±0,01 ^e	0,85±0,01 ^d	0,89±0,01 ^c	1,31±0,02 ^a
Procyanidine B2								
Stilbenoides :	-	-	-	-	-	-	-	-
Resveratrol	3,39±0,42 ^a	1,52±0,04 ^c	1,42±0,05 ^d	0,80±0,01 ^e	0,67±0,02 ^f	0,37±0,03 ^g	0,00±0,00 ^e	2,22±0,06 ^b
Tannins :								
Acide éllagique	2,86±0,07 ^a	1,31±0,03 ^e	1,04±0,02 ^d	0,00±0,00 ^h	0,28±0,05 ^f	1,58±0,01 ^c	1,17±0,02 ^f	2,02±0,10 ^b
Vanilline	0,24±0,07^a	0,03±0,0^d	0,08±0,00^{bc}	0,09±0,01^b	0,02±0,00^d	0,10±0,00^b	0,06±0,00^c	0±0,07^d
Polyphénols totaux	256,72	33,10	64,10	75,78	26,82	82,22	67,71	66,00

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5% (méthode de Newman et Keul)

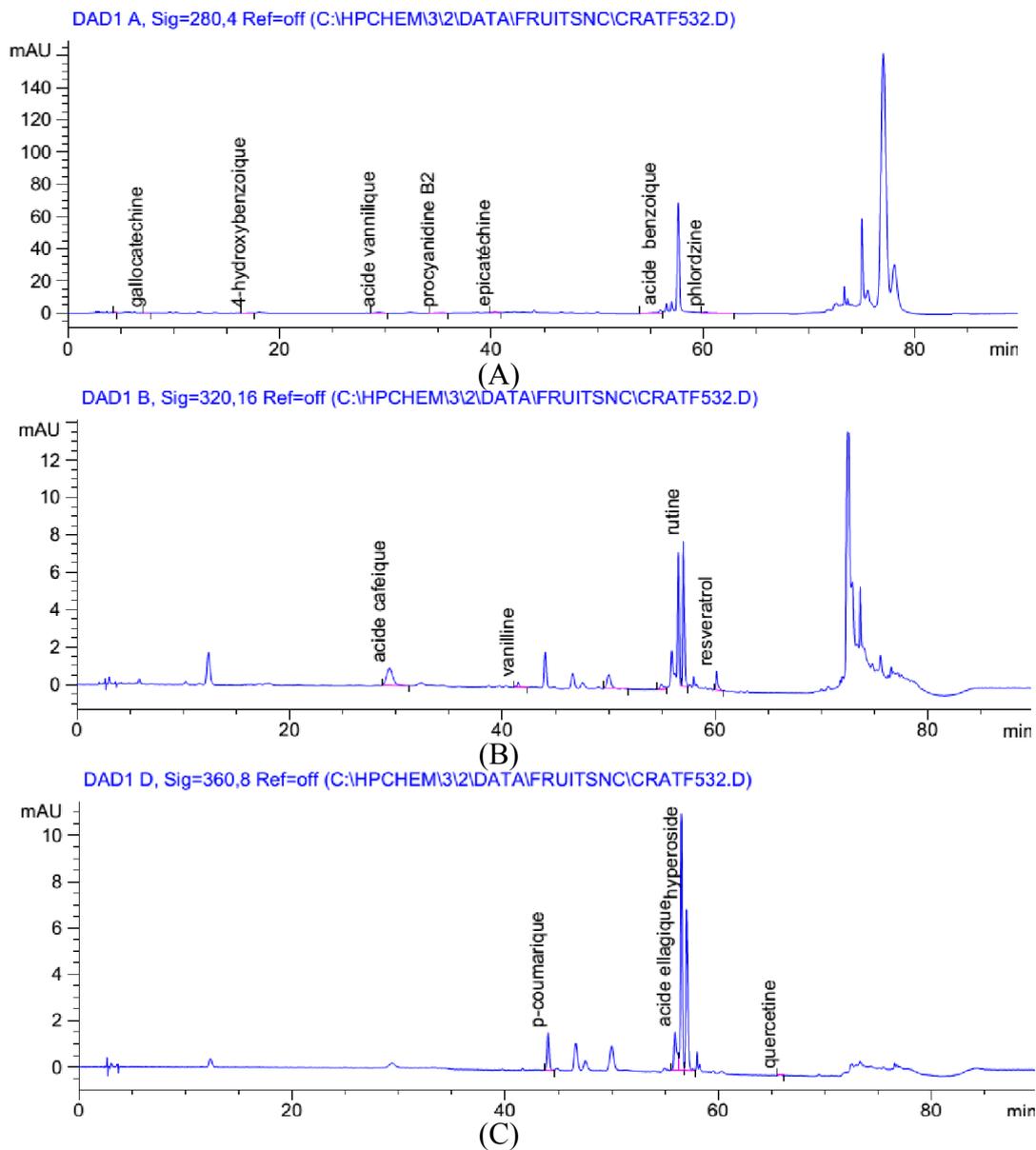
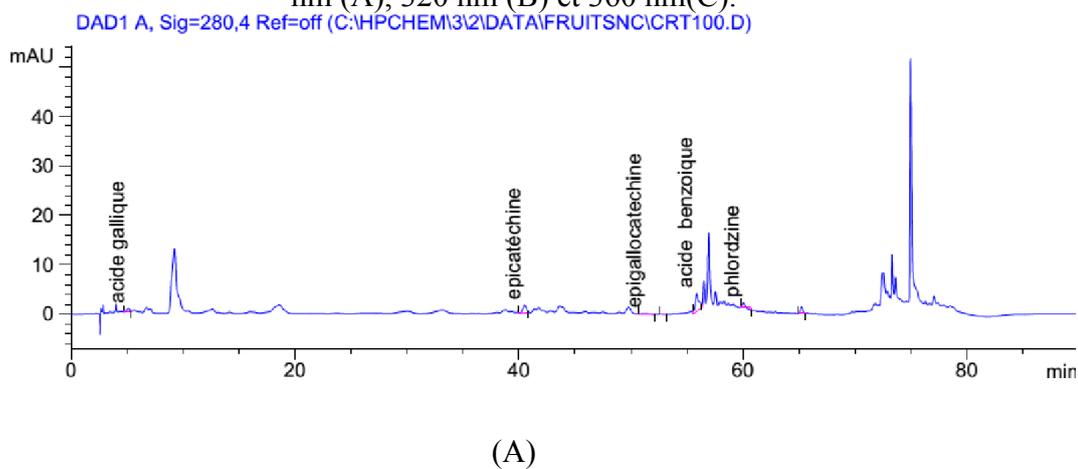


Figure 44 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* frais analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



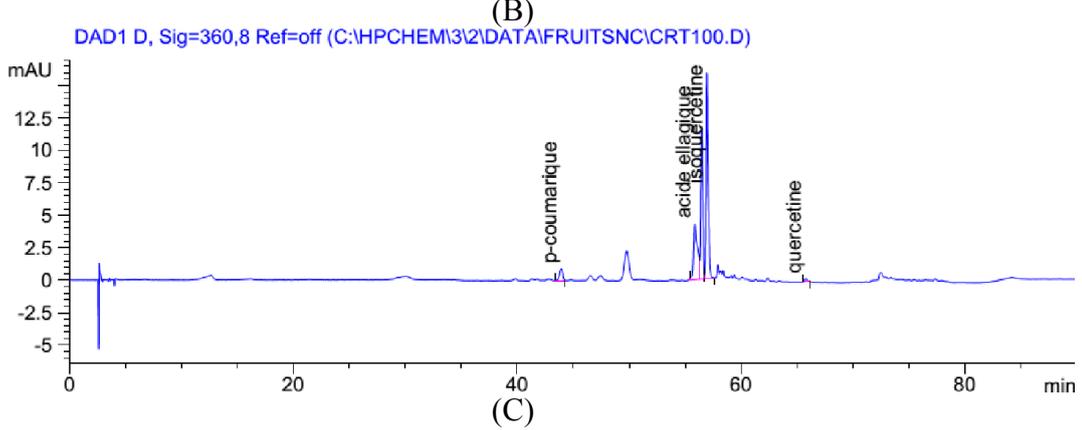
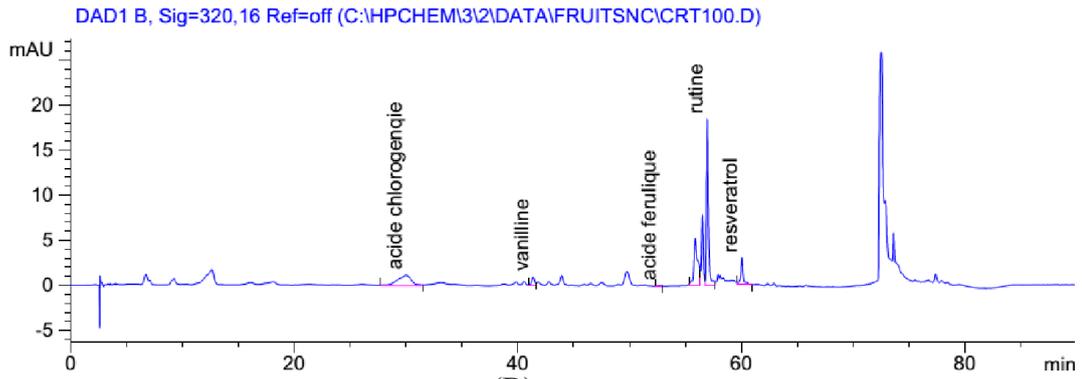
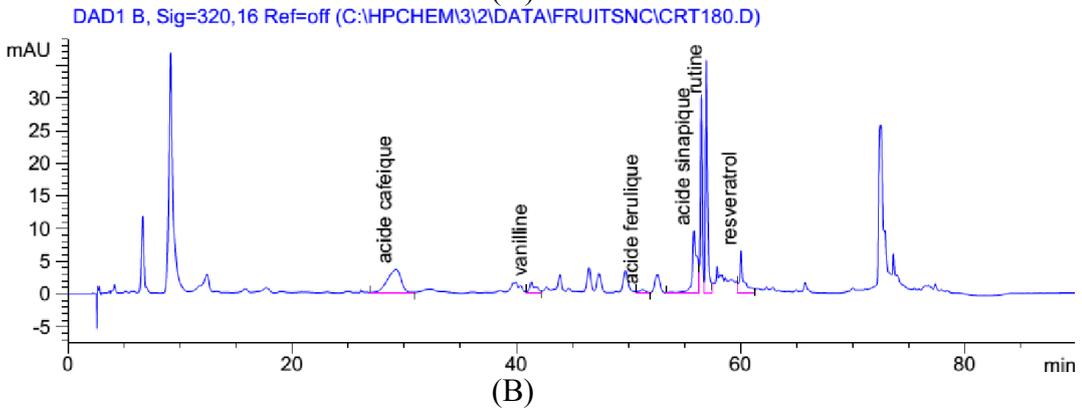
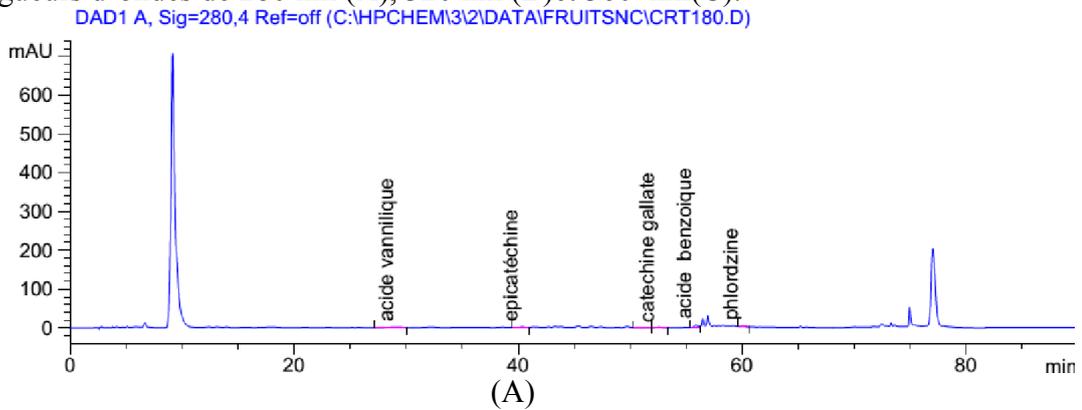


Figure 45: Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à 100 W analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



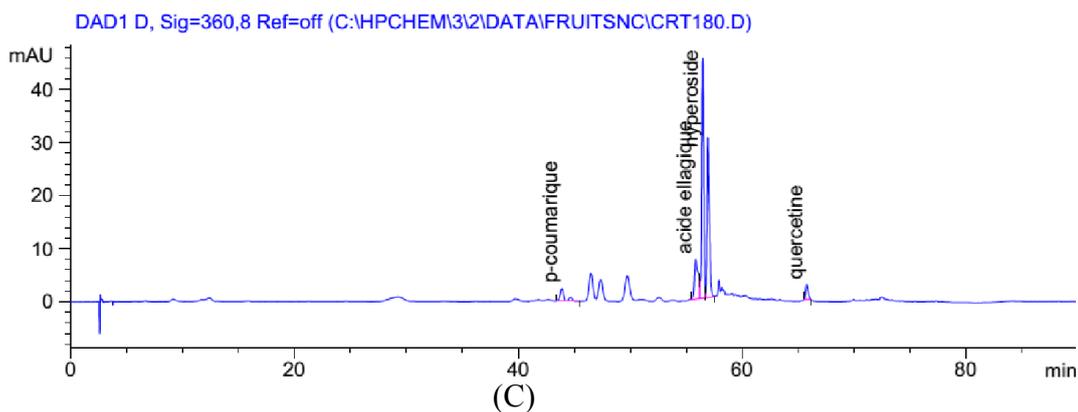


Figure 46: Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à 180 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).

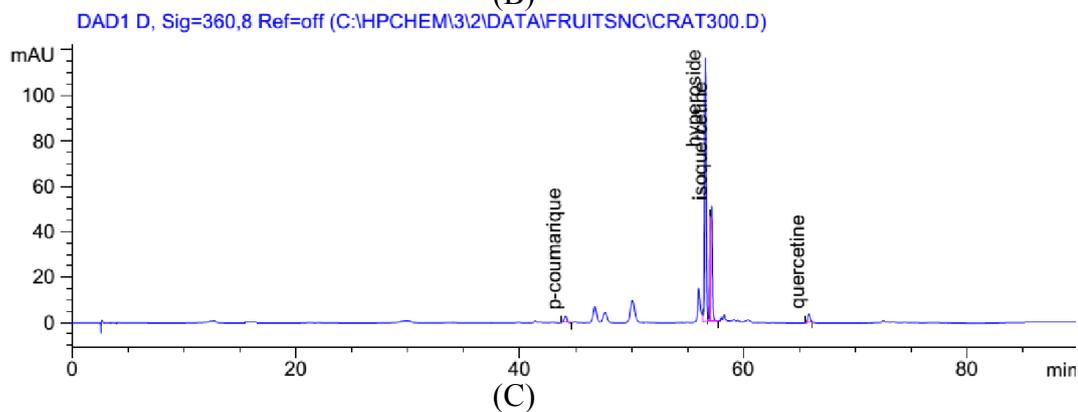
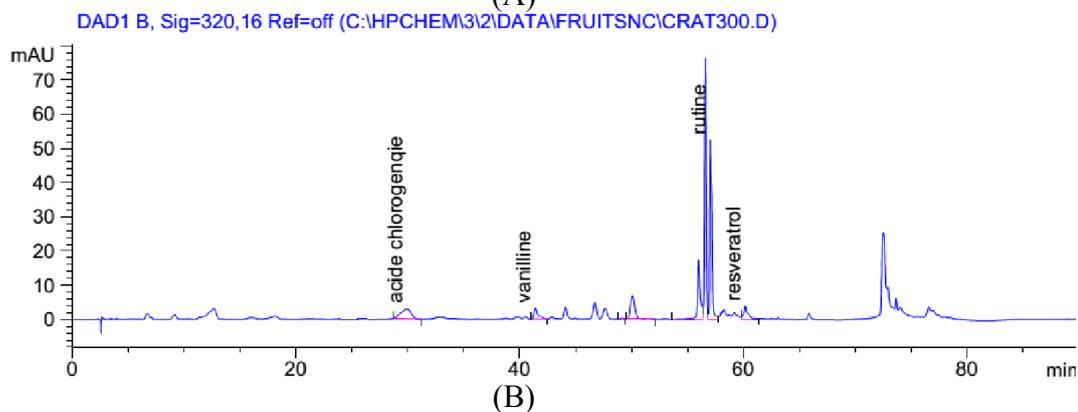
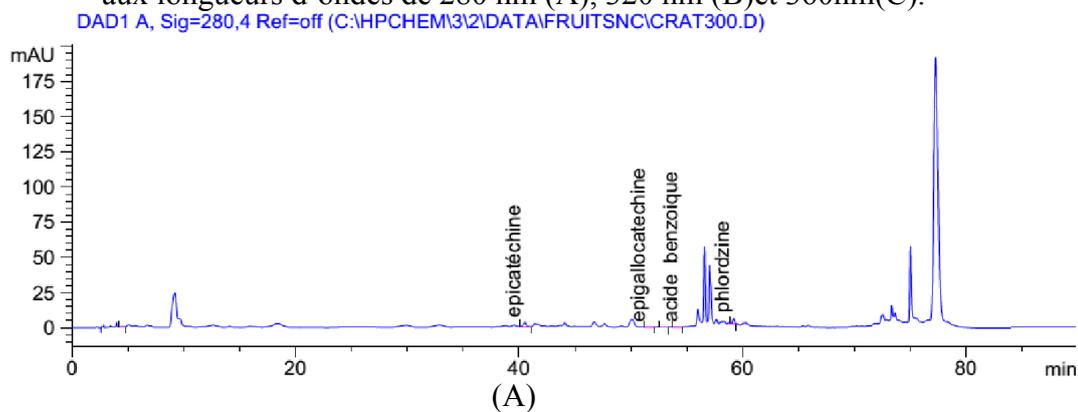


Figure 47 : Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à 300 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).

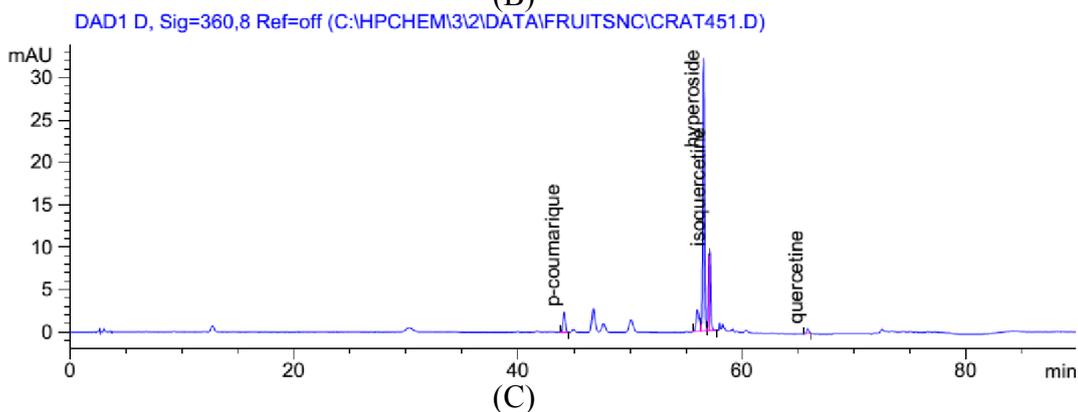
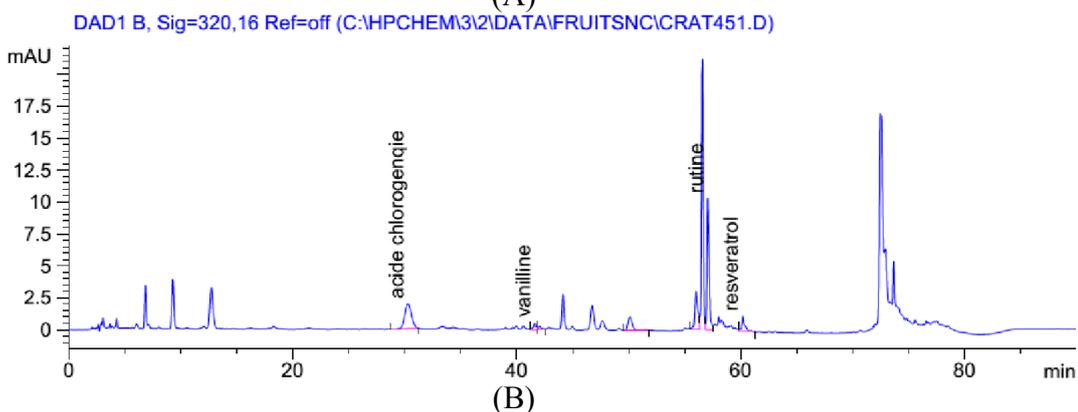
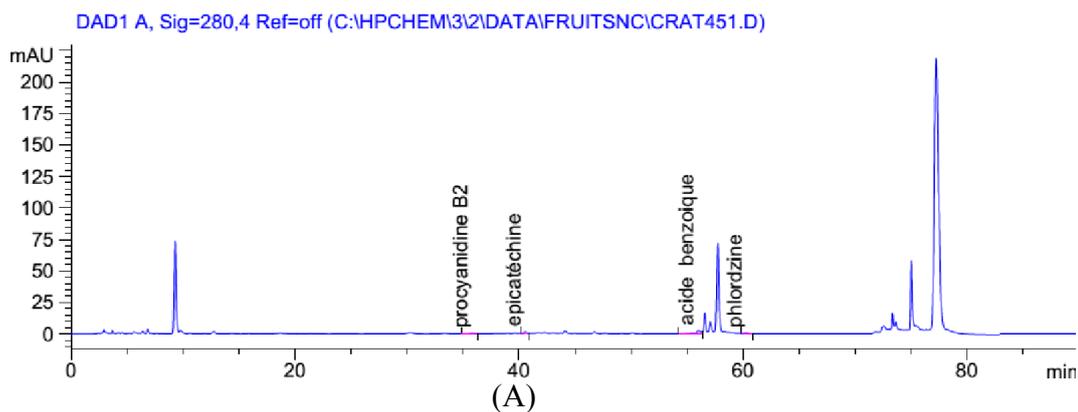
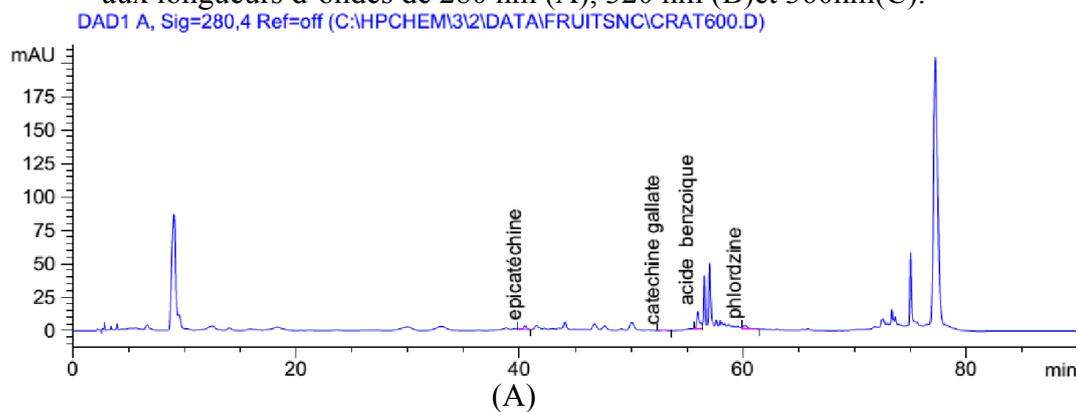
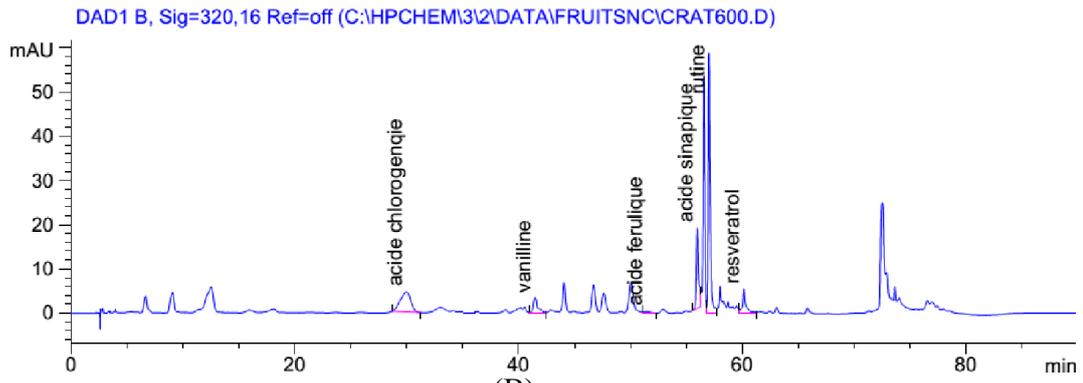
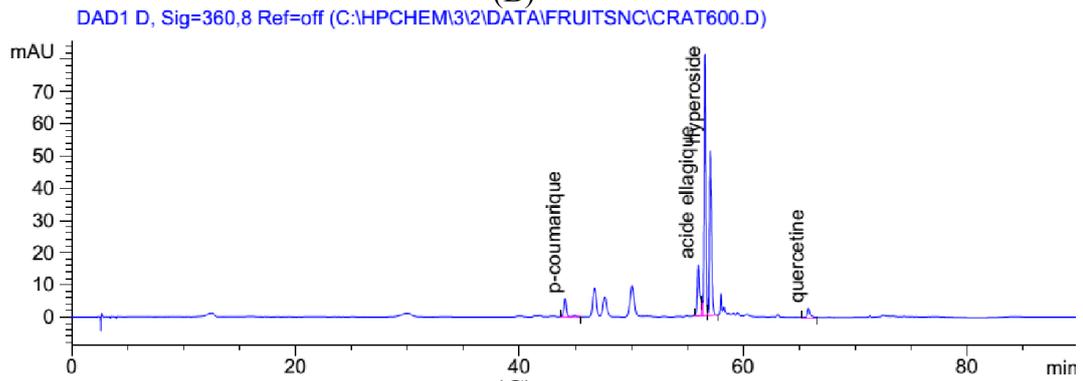


Figure 48 : Chromatogrammes (A),(B)et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à 450 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B)et 360nm(C).



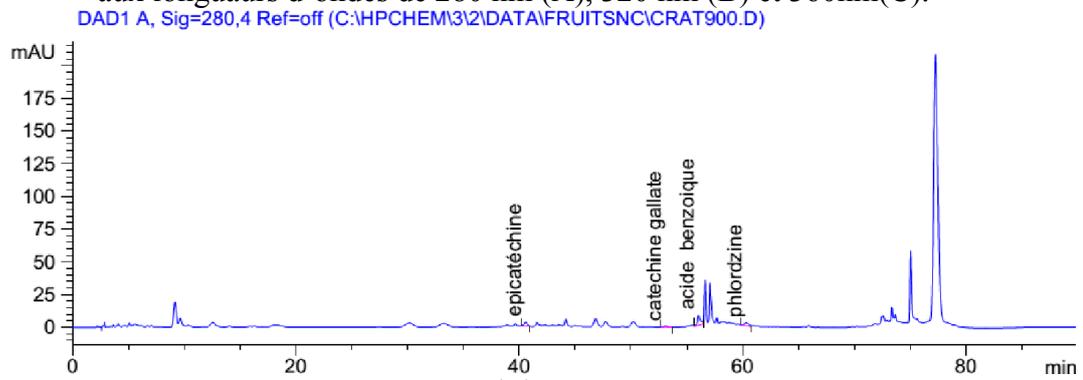


(B)

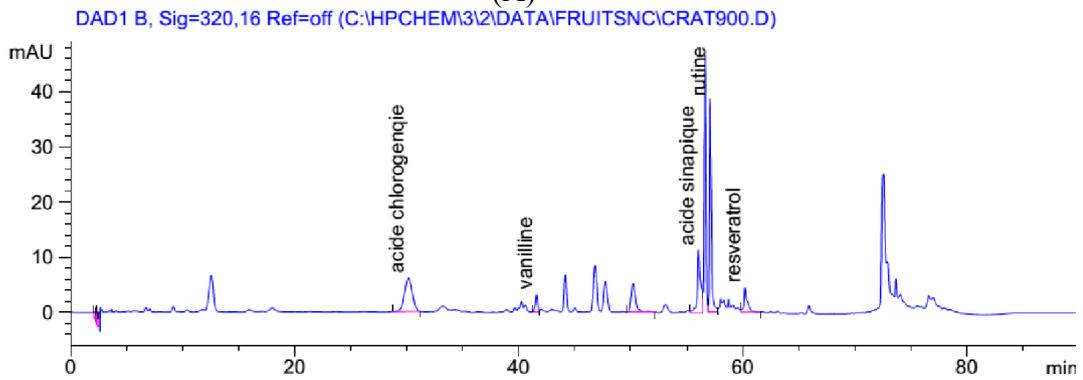


(C)

Figure 49: Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à 600 W et analysé par HPLC aux longueurs d'ondes de 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



(A)



(B)

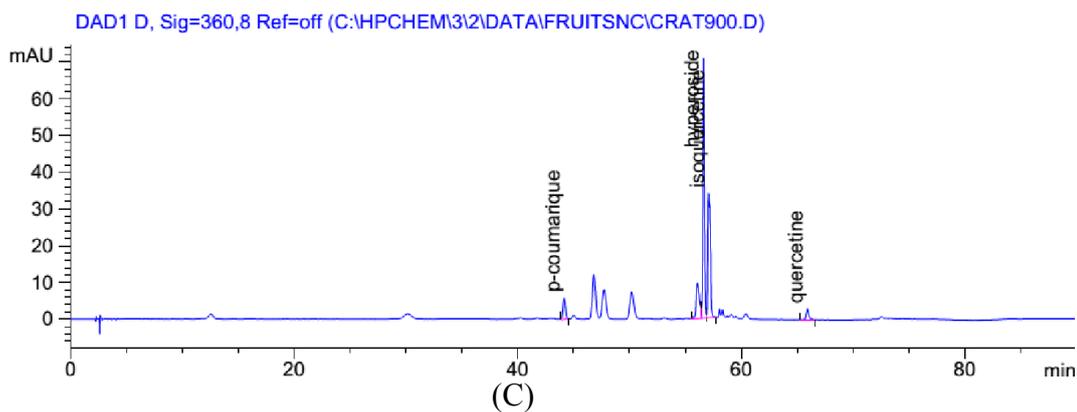


Figure 50 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* séché par micro-onde à puissance 900 W analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360nm(C).

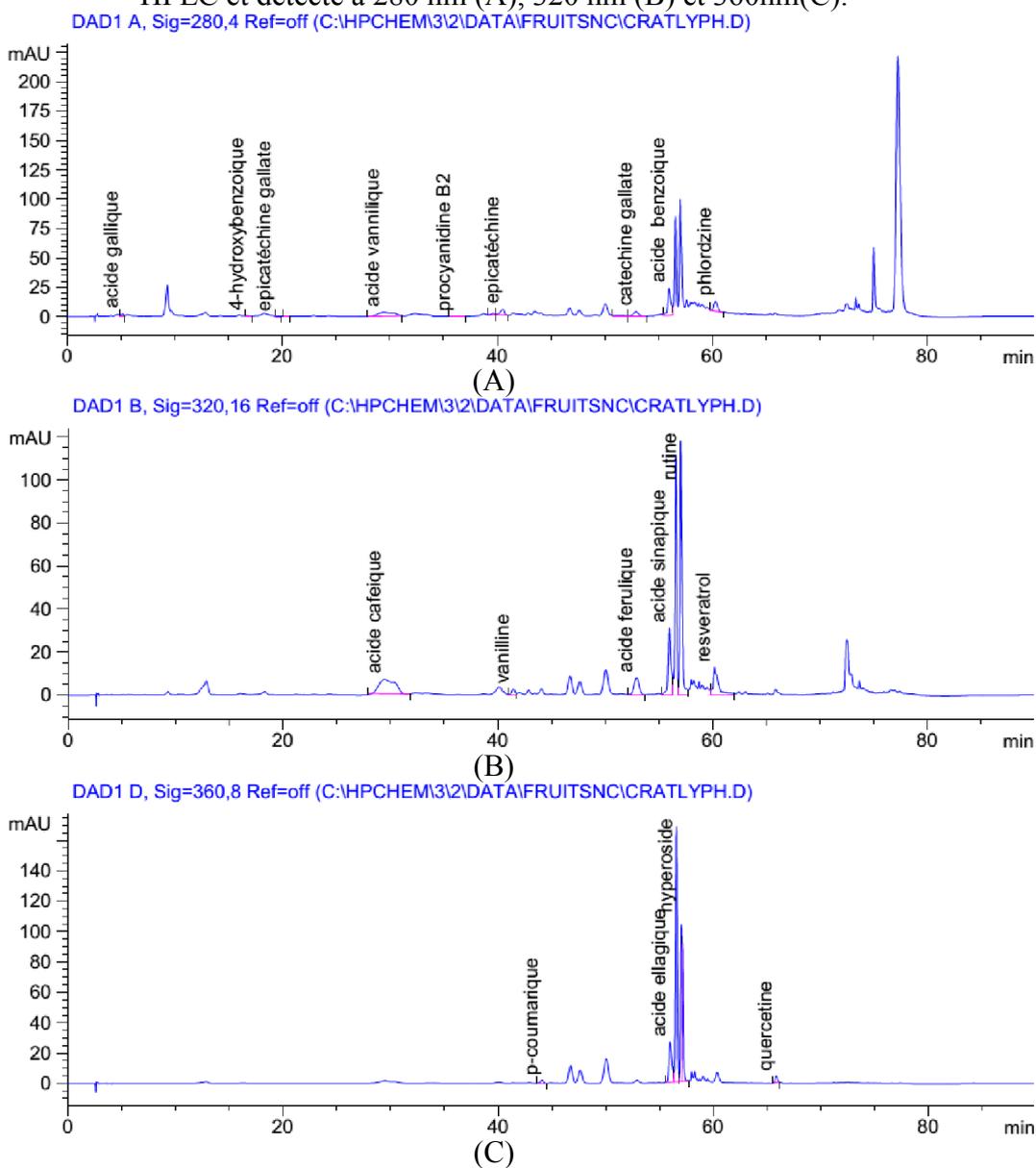


Figure 51 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentent les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* lyophilisé analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360nm(C)

D'une manière générale, les concentrations en épigallocatechine (5,38 mg / 100g de ms) et catéchinegallate (1,31mg / 100g de ms), étaient significativement plus élevées dans les fruits lyophilisés par rapport aux fruits d'azéroles séchés par micro-onde à différentes puissances. Il a été souligné qu'une porosité élevée des aliments déshydratés favorise un plus grand contact du matériau avec l'oxygène et facilite l'oxydation des composés. Tandis que les traitements de séchage permettent de rompre les liaisons des composés phytochimiques à la matrice pour les rendre plus accessibles à l'extraction (Wojdyło et al., 2014). Les fruits séchés par lyophilisation présentaient des teneurs en épigallocatechine et en catéchine gallate plus élevées que celles des fruits frais et celles des fruits séchées par microondes quelle que soit la puissance utilisée.

Le séchage est l'étape critique qui peut influencer la qualité des catéchines, le principal composé phénolique dans l'azérole, car elles sont susceptibles à la dégradation et à l'épimérisation lorsqu'elles sont exposées à des températures élevées et à l'oxygène (Graham, 1992; Hara, 2001). Le séchage par micro-ondes est considéré comme une technique avantageuse pour sécher les matériaux avec une perte minimale de composants bioactifs. L'impact des temps de rayonnement et des niveaux des puissances sur les catéchines majeures est illustré dans le tableau 15 et leur effet sur la teneur totale en polyphénols et l'élimination des capacités des radicaux libres.

Les résultats (Tableau 15) ont montré que la durée de l'exposition aux radiations et les niveaux de puissance ont eu un impact significatif sur le rendement des catéchines majeures dans l'azérole à savoir ; l'épicatéchine, l'épigallocatechine et la catéchine gallate. Le plus bas niveau d'épicatéchine a été trouvé dans les fruits d'azéroles séchés à 900 Watts.

L'épigallocatechine n'a pas été détectée dans les fruits frais, mais sa teneur la plus élevée a été trouvée dans les fruits séchés à 180 Watts. La catéchine gallate ne semble pas être affectée par le temps du rayonnement et sa puissance. En effet, la plus grande quantité de catéchine gallate a été trouvée dans les fruits azéroles séchées à 180 Watts.

Cependant, Mandal et al.(2007), a rapporté que l'utilisation des puissances élevées pouvaient augmenter rapidement la chaleur interne des produits alimentaires, ce qui pourrait dégrader les polyphénols. Par conséquent, l'épicatéchine (épicatéchine, épigallocatechine et catéchine gallate), qui sont les catéchines majeures (mais sensibles à la chaleur, à l'oxygène et pH supérieur à 6) peut être converti en

non-épi-catéchines par épimérisation du carbone en position 2 de leur squelette (Graham, 1992).

Nous avons observé que les teneurs en epigallocatechine (5,38 mg/100g ms) et en catéchine gallate (1,31 mg/100g ms) ont été bien conservées dans les azéroles lyophilisées et dans les azéroles séchées par micro-ondes (Tableau 15).

2.5.2. Effet du séchage sur les propriétés antioxydantes de la pulpe du fruit d'azérole.

2.5.2.1. Polyphénols totaux

Les teneurs en polyphénols totaux des azéroles frais et séchées par micro-ondes sont présentées dans le tableau 16. Le contenu des polyphénols totaux pour les fruits frais azéroles est de 445,16 mg QEA par échantillon de 100 g (ms). Il a été montré que la dégradation des polyphénols totaux variait de manière significative selon les méthodes de séchage par micro-ondes à différentes puissances (100 à 900 W). Il a été constaté que les extraits des pulpes séchées présentaient toujours une plus faible concentration en polyphénols totaux que ceux des fruits frais. La perte des polyphénols pendant le séchage peut être dû aux conditions du procédé, en particulier aux températures et à la durée de l'exposition (Shieber et al., 2001). De nombreux chercheurs ont constaté que les polyphénols totaux dans les différentes espèces de plantes variaient d'une manière irrégulière lors des différents processus de séchage (Dewanto et al., 2002; Chan et al., 2008).

Les échantillons lyophilisés présentaient la teneur la plus élevée en polyphénols (438,87 mg GAE / 100 g ms). La plus faible teneur de 237 mg GAE / 100g ms correspondait à l'échantillon séché aux microondes avec une puissance de 100W.

2.5.2.2. Flavonoïdes

La teneur totale en flavonoïdes des azéroles séchés par les deux procédés variait de 56 à 177 mg Eq / L ms comme c'est indiqué dans le Tableau 16.

L'augmentation de la puissance de sortie des micro-ondes n'a pas fait augmenter de manière significative le contenu total des flavonoïdes des azéroles séchées. La formation de ces composés pourrait résulter de la disponibilité de précurseurs de ces molécules par une interconversion non enzymatique entre molécules phénoliques (Que et al., 2008).

La plus grande perte en flavonoïdes (68,22%) a été notée pour l'azérole séché par micro-ondes à 100 W. par contre la puissance 180W n'a pas induit une perte

significative. Ce résultat est en conflit avec une déclaration précédente, selon laquelle la lyophilisation était une méthode moins dommageable pour la rétention des flavonoïdes.

Le séchage par micro-ondes à 180 W semble être très intéressant pour améliorer et préserver le contenu de flavonoïdes le plus élevé.

2.5.2.3. Flavan-3-ols

Les Flavan-3-ols semblent être plus résistants aux traitements par les micro-ondes ; leur teneur dans le fruit séché à 900 W était plus élevée que celle dans les fruits frais. Une teneur statistiquement plus élevée en flavan-3-ols a été déterminée dans les azéroles séchés par lyophilisation; la congélation rapide empêche les cristaux de glace d'accroître dans les cellules avec une très faible destruction des cellules et beaucoup moins de dégâts.

2.5.2.4. Anthocyanes

La concentration totale d'anthocyanes dans les baies d'azéroles, les fruits lyophilisés, et dans les fruits séchés au four à micro-ondes, a été déterminée pour étudier l'effet des techniques de séchage sur la conservation de ces pigments phénoliques. Les résultats des teneurs totales en anthocyanes dans les échantillons sont présentés dans le tableau 16. Les baies fraîches d'azéroles contiennent la teneur la plus élevée en anthocyanes qui est de 2,40 mg de cyanidine-3-glucoside / 100 g de fruits secs.

Les procédés de séchage utilisés ont entraîné un effet néfaste sur ces pigments ; une chute de 80% a été notée pour le séchage par lyophilisation et de 82% pour le procédé se basant sur les microondes à 450W. Les puissances 900 et 100 W ont produit la perte de la presque totalité des anthocyanes (>96%).

Il est très important d'éviter les pertes en anthocyanes après le processus du séchage, car ces dernières sont responsables de la plus grande partie de l'activité antioxydante du fruit d'azérole.

La lyophilisation a montré le plus grand potentiel de conservation des anthocyanes dans les échantillons testés par rapport aux micro-ondes. Le séchage à des niveaux de puissance plus élevés a entraîné une plus grande perte d'anthocyanes car ces pigments sont sensibles à la chaleur et sont instables pendant le traitement thermique.

Le dosage par la vanilline, utilisé dans cette étude est basé sur la réaction entre un aldéhyde aromatique et la catéchine. Le monomère standard des tanins condensés

réagit également dans le dosage et entraîne la formation d'un produit d'addition rouge.

Le méthanol est couramment utilisé comme solvant dans le dosage par la vanilline. La réaction de la vanilline est plus sensible aux proanthocyanidines polymères condensées par rapport aux flavanols monomères (Price et al., 1978).

2.5.2.5. Proanthocyanidines

La teneur en proanthocyanidines était de 259,87 mg CE / 100 g dans l'échantillon frais et était significativement plus élevée ($p < 0,05$) que dans les échantillons séchés aux micro-ondes et lyophilisés (tableau 16).

Le séchage par micro-ondes à une puissance de 180W a permis la conservation de la presque totalité des tannins condensés ; la teneur a baissé uniquement de trois unités et valait 256,50 mg CE / 100 g. La lyophilisation s'est avérée également efficace pour la conservation de ces molécules.

L'exposition des fruits aux autres puissances des micro-ondes a conduit à une baisse du contenu total en tanins. Cette diminution des tanins totaux pourrait être due à la désactivation de l'enzyme polyphénol oxydase qui aurait pu transformer les tanins en d'autres produits (Diane et al., 2005).

2.5.2.6. Acide ascorbique

Les teneurs en acide ascorbique des azéroles frais et séchés par micro-ondes à différentes puissances et par lyophilisation sont présentées dans le tableau 16. La teneur en acide ascorbique a diminué de manière significative à partir d'une valeur moyenne initiale de 7,12 mg / 100 g de matière sèche des azéroles fraîches à une teneur minimale de 1,80 mg / 100 g de matière sèche après lyophilisation soit une perte de 74,7%. Pour le séchage par micro-ondes, la puissance 180W s'est montrée la plus inoffensive pour l'acide ascorbique ; la perte n'était que d'environ 30% de la valeur initiale. La réduction des teneurs en acide ascorbique a été observée pour les différents niveaux de puissance des micro-ondes et la teneur minimale de 2,56 mg / 100 g a été déterminée dans les échantillons séchés à 900 W.

Tableau 16: Effet du séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanes, proanthocyanes, acide ascorbique, β -Carotène et α -Tocophérol du fruit d'azérole

Fruit *Crataegus azarolus* L (azérole)

Méthodes de séchage	Polyphénols (mg GAE /100g ms)	Flavonoïdes (mg EQ/L ms)	Flavan-3-ols (mg catéchine/ g de ms)	Anthocyanes (mgde Cyanidine chloride/ 100 g de ms)	Proanthocyanidines (mg catéchine équivalents /100 g ms)	Acide ascorbique	β -Carotène	α -Tocophérol
						(mg.100 g ⁻¹ ms)		
Fruit frais	445,16±14,24 ^a	177±8,48 ^a	6,19±1,22 ^b	2,40±0,70 ^a	259,87±6,75 ^a	7,12±0,50 ^a	3,40±0,28 ^c	1,95±0,21 ^a
Fruit lyophilisé	438,87±17,55 ^a	74,10±5,68 ^{bc}	16,87±4,61 ^a	0,49±0,08 ^b	237,75±149,45 ^b	1,80±0,60 ^f	1,05±0,40 ^d	0,92±0,05 ^{cd}
Fruit Séché par Micro-onde								
100W	237±60,35 ^d	56,25±8,83 ^c	6,58±0,74 ^b	0,17±0,03 ^d	139,50±16,22 ^{bc}	3,92±0,20 ^c	3,08±0,06 ^c	1,26±0,13 ^b
180W	295,25±14,41 ^{bc}	175±1,26 ^a	2,65±0,23 ^c	0,21±0,02 ^{cd}	256,50±45,16 ^a	5,01±0,14 ^b	5,47±0,33 ^a	0,93±0,03 ^{cd}
300W	288±16,17 ^{bc}	81,69±1,89 ^b	8,58±0,54 ^b	0,10±0,01 ^d	152,25±58,73 ^{ab}	3,22±0,31 ^d	3,51±0,37 ^c	0,82±0,14 ^d
450W	268,25±9,28 ^{bc}	72,76±3,15 ^{bc}	6,19±0,32 ^c	0,41±0,04 ^{bc}	111,00±35,31 ^{bc}	2,87±0,26 ^{de}	4,26±0,18 ^b	1,00±0,24 ^c
600W	309,5±41,24 ^b	71,42±3,78 ^{bc}	7,62±1,44 ^b	0,21±0,02 ^{cd}	72,00±14,05 ^c	3,16±0,14 ^d	1,15±0,10 ^d	0,91±0,26 ^{cd}
900W	243,25±23,29 ^{bc}	69,19±0,63 ^{bc}	16,00±3,63 ^a	0,16±0,02 ^d	192,00±76,11 ^{ab}	2,56±0,34 ^e	4,15±0,04 ^b	0,98±0,03 ^c

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls)

Les dommages thermiques et les réactions oxydatives irréversibles sont les deux principales causes de la dégradation de l'acide ascorbique lors du séchage en raison des temps de séchage prolongés. Les temps de séchage par micro-ondes sont relativement plus courts que ceux de la lyophilisation.

2.5.2.7. β -Carotène

Les caroténoïdes sont connus par leur sensibilité à la chaleur, à la lumière et au traitement prolongé. Les niveaux de β -carotène des azéroles séchés ont significativement augmenté ($p < 0,05$) d'une valeur initiale de 3,40 mg/100 g de matière sèche à une valeur maximale de 5,47 mg/100 g de matière sèche après séchage par micro-ondes à 180 W. Les dommages causés par la chaleur sur les cellules ont permis une meilleure extraction de ces constituants.

2.5.2.8. α -Tocophérol

Les résultats de l'analyse de l' α -tocophérol sont rapportés dans le tableau 16. La gamme de la teneur en α -tocophérol était de 1,95 mg / 100 g d'azéroles frais à 0,92 mg / 100 g dans les échantillons totalement lyophilisés.

La tendance générale est une diminution du taux de l' α -tocophérol. La perte enregistrée après le séchage par lyophilisation a été de 52,8%. Le séchage par micro-ondes n'a pas permis une meilleure conservation de cette vitamine ; les pertes étaient presque du même ordre que celles causées par la lyophilisation, sauf pour la puissance de 100W qui a limité la perte à 35,4%.

Ces changements ont probablement été causés par l'évaporation partielle de l'eau pendant le séchage des fruits, ce qui a eu pour effet de concentrer les constituants en masse fraîche et d'augmenter le poids sec (Tableau 16). Bien que les tocophérols soient liposolubles, ils sont sensibles au traitement thermique dans l'eau et aux pertes en raison de l'augmentation de l'extraction chimique des molécules lipidiques. Leur dégradation est en outre accélérée par la présence d'oxygène et l'exposition à la lumière pendant le traitement (Valero et Serrano, 2010).

2.5.3. Effet du séchage sur l'activité antioxydante de la pulpe du fruit d'azérole

Différents chercheurs ont utilisé différentes approches pour déterminer quantitativement l'activité des antioxydants dans les fruits azéroles (Bignami et al., 2003 ; Belkhir et al., 2013 ; Belkhir et al., 2014). Les méthodes ORAC, DPPH et FRAP ont été utilisées. La plus grande activité antioxydante a été observée pour les échantillons lyophilisés et ceux séchés par les micro-ondes à 450 W.

2.5.3.1. Test de DPPH

Les résultats du test DPPH sont présentés dans le tableau 17. La capacité élevée du piégeage des radicaux libres DPPH des échantillons séchés par micro-ondes peut être expliquée par la présence d'une quantité plus élevée de polyphénols totaux, qui aurait pu être libérée par la rupture de la paroi cellulaire ou plus d'explication à partir de la fraction insoluble des azéroles ou par la formation de nouveaux composés ayant une puissante capacité donatrice (Cho et al., 2006).

La capacité de réduction du radical DPPH par les fruits frais était de 52,77 µg Trolox / g ms, et elle a été plus élevée que dans les échantillons déshydratés par micro-ondes et notamment ceux séchés à 450 W (33,66 µg Trolox / g). Le processus de lyophilisation consiste à sécher des baies congelées par sublimation. La basse température et l'état solide de l'eau pendant la lyophilisation protègent la structure primaire des baies et conservent la couleur des baies. Ratti (2001) a signalé une relation étroite entre le contenu antioxydant, le contenu en vitamines et la couleur des produits. De plus, en raison de l'absence d'eau liquide pendant la lyophilisation, il y a eu une perte minimale d'anthocyanes et d'autres polyphénols. Par conséquent, cette technique de séchage a conservé les activités antioxydantes les plus élevées dans les baies d'azéroles séchées.

Le procédé de séchage d'azérole par micro-onde a amélioré la couleur et a réduit la perte d'anthocyanines et des polyphénols en raison de la température élevée et courte période de séchage.

Tableau 17 : Effet du séchage par micro-onde à différentes puissances et par lyophilisation sur l'activité antioxydante d'azérole utilisant les tests DPPH,FRAP et ORAC.

Fruit <i>Crataegus azarolus</i> L (azérole)			
Méthodes de séchages	DPPH (µg TE / g ms)	FRAP (µM Fe(II)/g ms)	ORAC (µM TE/g ms)
Fruit frais	52,70±14,75 ^a	49,86±0,85 ^c	55,75±0,32 ^d
Lyophilisation	45,53±14,59 ^{ab}	104,27±1,42 ^a	66,37±0,50 ^a
Micro-onde à différentes puissances			
100W	38,5,79±11,66 ^{ab}	57,40±3,77 ^d	55,26±0,59 ^e
180W	45,9,81±9,80 ^{ab}	67,21±2,34 ^c	51,36±0,55 ^h
300W	43,42±19,28 ^{ab}	79,84±5,87 ^b	52,92±0,05 ^f
450W	33,66±7,47 ^b	83,48±2,08 ^b	58,28±0,62 ^b
600W	45,79±12,68 ^{ab}	72,97±3,22 ^c	56,92±0,61 ^c
900W	45,96±9,25 ^{ab}	69,98±2,83 ^c	51,66±0,29 ^g

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5% (**méthode de Newman et Keuls**)

2.5.3.2. Test FRAP

Les résultats du test FRAP des azéroles sont présentés dans le tableau 17. La capacité des extraits des fruits azéroles à réduire les ions ferriques a été déterminée à l'aide du test FRAP (facteur de réduction des ions ferriques du plasma), développé par Benzie et Strain (1996). La capacité de réduction d'un composé peut servir d'indicateur important de son potentiel d'activité antioxydante. La capacité de réduction de l'échantillon lyophilisé était de 104,27 μ M de Fe (II) / g ms, tandis que celle des extraits des échantillons séchés aux micro-ondes à différents niveaux de puissance a diminué avec l'augmentation de la puissance et du temps du séchage est plus court.

Pour le test FRAP, il a été observé un plus grand écart entre les capacités des échantillons frais et celles des échantillons séchés, une meilleure capacité de réduction a été obtenue par lyophilisation. On a observé que les fruits Azéroles déshydratés par le procédé de séchage par micro-onde contenaient une plus grande activité antioxydante et une puissance intermédiaire. Ce comportement pourrait résulter de deux facteurs : (i) il est connu que les polyphénols au stade d'oxydation intermédiaire ont un pouvoir antioxydant supérieure à ceux de l'état initial, même si cela est temporaire; et (ii) les procédures de stabilisation à haute température peuvent conduire à la formation de nouveaux composés avec une activité antioxydante supérieure ; c'est essentiellement le cas de la réaction de Maillard, qui crée divers produits (Benzie et Strain 1996).

2.5.3.3. Test d'ORAC

L'indice d'ORAC moyen dans les azéroles fraîches était de 55,75 μ mol TE / g ms. Les valeurs ORAC moyennes des azéroles soumises à différentes méthodes de séchage sont présentées dans le tableau 17. La valeur ORAC moyenne la plus élevée de 66,37 μ mol TE/g (ms) a été observée pour les azéroles lyophilisées et la plus basse pour celles séchées dans un four à micro-onde à 180 Watts (Tableau 17). L'indice élevé observé dans les échantillons lyophilisés pourrait être dû à l'absence de chaleur utilisée dans le procédé aux micro-ondes. La méthode de lyophilisation a montré des valeurs significativement plus élevées de l'ORAC par rapport aux autres méthodes de séchage utilisées.

2.5.4. Effet du séchage sur les propriétés fonctionnelles de la pulpe du fruit d'azérole

2.5.4.1. Capacité de rétention d'eau (CRE) & capacité de rétention d'huile (CRH)

Les fruits d'azéroles lyophilisés avaient une plus grande capacité de rétention d'eau (206,30%) par rapport aux fruits séchés par micro-onde à différentes puissances. Il a été également constaté que cette capacité diminuait avec l'augmentation de la durée de l'exposition et de la puissance des ondes utilisées. Les données illustrées dans le tableau 18 montrent que les hautes puissances produites par les micro-ondes peuvent provoquer une diminution de la densité de la structure. Cette structure moins dense a une plus faible capacité de rétention d'eau. L'analyse statistique a montré l'influence significative des puissances de micro-onde sur la capacité de rétention d'azérole séchée.

Les fruits d'azéroles séchés par les micro-ondes à une puissance de 100 W sont caractérisés par une plus grande capacité de rétention d'eau (194,25%) que celles de ceux séchés à 180 W (164,35%), à 300 W (134,26%), à 450 W (76,15%), à 600 W (68,03%) et à 900 W (66,43%).

D'après le tableau 18, nous remarquons que la capacité d'absorption d'huile varie inversement à la capacité d'absorption de l'eau. Ceci est logique. La capacité de la rétention d'eau et d'huile dépend de la structure des macromolécules de nature protéique et polysaccharidique ; les interactions entre l'eau et les constituants s'établissent au niveau des groupements acides et groupement amines présents dans les polysaccharides ou au niveau des groupement polaires non chargés, susceptibles de former des liaisons hydrogènes avec l'eau, tandis que les groupements apolaires, par leur caractère hydrophobe peuvent contribuer à structurer l'eau qui se trouve dans leur environnement. Selon Cloutour (1995), les traitements thermiques tel que le séchage par micro-onde sont susceptibles de modifier la teneur en polysaccharides et protéines et par conséquent peuvent influencer la capacité d'absorption de l'eau et de l'huile. Les Changements structurels de l'amidon et des protéines présents dans les azéroles sont probablement responsables de la diminution des capacités d'absorption de l'eau.

La capacité d'absorption d'huile est une mesure de la quantité d'huile qui peut être absorbée par les fruits séchés. La capacité d'absorption d'huile des

échantillons d'azérole frais valait $92,2 \pm 0,18\%$ (Tableau 18), elle est plus élevée que celles des échantillons ayant subi un séchage par les deux techniques.

La capacité des aliments à absorber l'eau et l'huile peut aider à améliorer les propriétés sensorielles, telles que la rétention de la saveur et la sensation dans la bouche (Hutton et Champpel, 1981; Cheftel et al., 1985; Zidani et al., 2017).

On remarque que la capacité de la rétention d'eau est nettement supérieure à celle de l'huile, ceci peut être expliqué par l'abondance des groupements hydrophiles par rapport aux groupements hydrophobes. En effet le fruit azérole est riche en polysaccharides (6.86% de pectine et 11.97% de cellulose (Saadoudi, 2008) et pauvre en lipides (0.67%, (Ferhat, 2008)).

2.5.4.2. Solubilité

D'après le tableau 18, la solubilité des azéroles séchées par micro-onde à différentes puissances est excellente, différence significative ($\geq 0,05$). La solubilité des macromolécules est influencée par plusieurs paramètres (pH, force ionique, séchage, concentration, température,....). Généralement les composants d'azérole comme la pectine et les sucres sont solubles dans l'eau tandis que les protéines et les lipides sont aisément solubles dans les solutions acides diluées au-dessous de pH 6 (pH 4), ceci justifie l'utilisation de l'acide acétique dans cette technique (une solution acétique à 1% est équivalente à pH 4).

Selon Linden et Lorient, (1994), la propriété de la solubilité à des conséquences majeurs sur les autres propriétés fonctionnelles (émulsification, gélification,....). D'autre part, selon les résultats obtenus, le séchage par les micro-ondes a un effet négatif.

Des fruits de *Crataegus azarolus* qui sont séchés dans des conditions optimales, telles que la lyophilisation subissent moins de dommages et leur solubilité est plus grande.

L'effet des méthodes de séchage sur la solubilité de la pulpe des fruits d'azérole est présenté au tableau 18. Les données montrent les différences de solubilité, en fonction des puissances de séchage observées. Les valeurs de solubilité allaient de (50 à 70 % pour tous les échantillons séchés par micro-onde à différentes puissances, en général, il existe une relation inverse entre la température et la solubilité, pour le séchage par micro-ondes, la solubilité diminue avec l'augmentation

de la puissance. Les valeurs de solubilité les plus faibles ont été mesurées pour les échantillons traités à 180 W, alors que les échantillons traités à 450 et à 100 W présentaient des valeurs plus élevées. Cette diminution de la solubilité n'est pas seulement due à la dégradation des substances pectiques au cours du traitement, mais aussi à la modification de la structure affectée à ces polymères lors de l'élimination de l'eau (Garau et al., 2007).

La solubilité du fruit d'azérole lyophilisé est un peu inférieure à celle du fruit d'azérole frais, selon l'analyse statistique il ya différence significative ($p < 0,05$). L'application la méthode de séchage par lyophilisation conduit à la production des poudres plus solubles dans l'eau.

2.5.4.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions

Les capacités d'émulsion sont les plus élevées pour les fruits d'azéroles séchés par micro-ondes à 450 W (75,85%), à 600 W (66,34%) et à 900 W (64,56%) (Tableau 18). Cette capacité peut être attribuée à la présence de glucides dans ces fruits (9.86% ms des sucres simples) (Saadoudi, 2008). Par contre la présence de hydrate de carbone et de fibres dans les fruits a des effets négatifs sur la capacité de l'émulsion (Romanatham et al., 1978).

Les stabilités des émulsions à base des fruits d'azéroles lyophilisés et séchés au four à micro-onde à différentes puissances (100, 300, 600 et 900 W) n'avaient pas une différence significative. Cela pourrait Lors de traitement thermique les protéines changent de nature, la partie hydrophobe centrifuge vers la périphérie ainsi que la partie hydrophyle s'accroît vers le centre des globules protéiques ce qui améliore l'émulsification. La capacité émulsifiante et la stabilité sont importantes dans les émulsions alimentaires comme la mayonnaise, les yaourts et les glaces.

2.5.4.4. Pouvoir moussant

Les résultats rassemblés dans le tableau (18) montrent que le pouvoir moussant est nul pour les fruits d'azérole frais, lyophilisés et séchés par micro-onde à différentes puissances. Selon Lorient et al. (1988) la formation des mousses est basée sur la présence des protéines en quantité et en qualité, de ce fait la faible teneur de l'azérole en protéines (2.48%, Ozcan et al., 2005) est insuffisante pour former une mousse stable.

2.5.4.5. Viscosité

La viscosité est un attribut de qualité important pour déterminer la qualité globale du traitement. L'effet du séchage par lyophilisation et par micro-ondes à différentes puissances sur la viscosité du fruit d'azérole est présenté dans le tableau 18. Il a été noté une diminution ($p < 0,05$) de la viscosité des extraits des échantillons lorsqu'ils sont séchés par les deux procédés par rapport au fruit d'azérole frais (3,5 mPa.s). Parmi les échantillons étudiés, ceux séchés par micro-ondes à 600 W ; haute puissance combinée avec un temps court, se sont montrés les plus visqueux (3,41 mPa.s). Cette diminution de la viscosité pourrait être vraisemblablement due à la perturbation des échantillons traités thermiquement au niveau de la paroi cellulaire, entraînant ainsi une perte de la pectine soluble. Des études menées sur des produits à base de la tomate ont mis en évidence une augmentation de la viscosité avec une teneur croissante en pectine (Luh et al., 1984 ; Errington et al., 1998).

D'autre part les caractéristiques variétales et le stade de maturité des fruits au traitement ont une influence sur la viscosité (Dale et al., 1984). Ces résultats permettent de conclure que les deux méthodes de séchage conduisent à une diminution de la viscosité.

2.5.4.6. pH

Les valeurs du pH des différents échantillons du fruit ; frais, lyophilisé et séché par micro-ondes à différentes puissances (100, 180, 300, 450, 600 et 900 W) sont illustrées dans le tableau 18. En général, le pH enregistré est acide et est au voisinage de 3,22 ; Cette acidité est due à la présence des acides organiques libres dans l'azérole frais (0,9 à 1,9 %) comme l'acide malique (Bahri-Sahloul et al., 2009). Ces résultats concordent bien avec les valeurs rapportées par Bahri-Sahloul et al., (2009) et Donno et al. (2017), qui variaient entre 3,2 et 4,2.

2.5.4.7. Solides solubles totaux (Total soluble solide)

L'effet du séchage sur les solides solubles totaux (TSS) des azéroles lyophilisés et séchés à différents niveaux de puissances des micro-ondes est présenté dans le tableau 18. Le séchage d'azérole par micro-onde a conduit à un taux plus élevé des solides solubles totaux par rapport au fruit lyophilisé (6,6 Brix°).

Tableau 18: Effet du séchage par micro-onde à différentes puissances et par lyophilisation sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, la capacité émulsifiante, la stabilité des émulsions, le pouvoir moussant, la viscosité, le pH et solides solubles totaux du fruit d'azérole

	Rétention d'eau%	Rétention d'huile%	Solubilité%	Capacité émulsifiante%	Stabilité des émulsions%	Pouvoir moussant%	Viscosité (mPa.s)	pH	solides solubles totaux [Brix°]
Fruit frais	210,20±0,16 ^a	92,2±0,18 ^a	83,40±0,2 ^a	54,54±0,34 ^d	91,64±0,48 ^a	-	3,50±0,08 ^a	3,18 ^f	16,2±0,01 ^a
Fruit lyophilisé	206,30±1,55 ^b	82,03±0,16 ^c	80,33±0,05 ^b	50,21±0,02 ^e	91,15±0,35 ^b	-	3,15±0,00 ^h	3,19 ^e	6,6±0,02 ^h
Fruit Séché par Micro-onde									
100W	194,25±0,05 ^c	70,21±0,16 ^f	70,03±0,03 ^d	45,45±0,01 ^g	90,90±0,2 ^b	-	3,19±0,02 ^f	3,26 ^a	7,6±0,00 ^f
180W	164,35±0,39 ^d	86,21±0,07 ^b	50,00±0,00 ^g	47,61±0,13 ^f	85,20±0,04 ^d	-	3,17±0,01 ^g	3,24 ^b	7±0,01 ^g
300W	134,26±0,28 ^e	76,14±0,25 ^d	65,2±0,2 ^e	50±0,0 ^e	91±0,0 ^b	-	3,37±0,04 ^c	3,25 ^a	12,5±0,12 ^c
450W	76,15±0,28 ^f	64,23±0,08 ^g	75,12±0,01 ^c	75,85±0,01 ^a	87,15±0,02 ^c	-	3,27±0,05 ^e	3,22 ^d	9,8±0,00 ^e
600W	68,03±0,12 ^g	72,10±0,10 ^e	66,34±1,96 ^e	66,34±0,12 ^b	90,90±0,05 ^b	-	3,41±0,01 ^b	3,23 ^c	13,6±0,03 ^b
900W	66,43±0,51 ^h	70,10±0,85 ^f	64,56±0,00 ^f	64,56±0,09 ^c	90,90±0,49 ^b	-	3,33±0,03 ^d	3,24 ^b	11,5±0,05 ^d

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%**(méthode de Newman et Keuls)**

La teneur des solides solubles augmenté avec l'augmentation des niveaux de puissances qui accélèrent l'évaporation des molécules d'eaux. La valeur maximale de TSS (13,6Brix°) a été observée dans l'échantillon séché à une puissance de 600 W alors que, la teneur minimale de TSS (7Brix°) a été observée dans celui séché à une puissance de 180 W. La teneur en matières solides solubles a diminué dans tous les échantillons séchés par rapport aux fruits frais (la perte se situe entre 16,04 et 60,25%).

2.5.4.8. Gélification

Le tableau 19 illustre la capacité gélifiante de l'azérole lyophilisée et séché par micro-onde à différentes puissances (100, 180, 300, 450, 600 et 900 W) cette propriété est étudiée en fonction de la concentration des extraits en azérole séchée qui s'étalent de 2 à 20%.

Globalement, on remarque que le pouvoir gélifiant augmente avec l'augmentation de la concentration et la diminution des puissances de micro-ondes, ceci est logique, par ce que la concentration exprime le pourcentage des agents de gélification (protéines, polysaccharides,..).

Comme il est indiqué dans le tableau 19, le pouvoir gélifiant pour l'azérole lyophilisé et pour les concentrations de 16 et 20 % est excellent ; il atteint les 100%, ces résultats sont attribuables à la richesse d'azéroles en polysaccharides. En effet, ces derniers renferment 6,86% de pectine et 11,97% de cellulose (Saadoudi, 2008). Ils sont considérés comme une source industrielle de pectine. Lorient et al. (1988) ont montré que la présence des polysaccharides modifie complètement les propriétés rhéologiques de grande quantité d'eau, amenant les modifications désirées dans la texture de l'aliment, ceci est conditionné par la nature des polysaccharides et les conditions de mise en œuvre (pH, température,...).

Concernant la capacité gélifiante des polysaccharides, elle dépend principalement des interactions moléculaires (parfois en présence des ions métalliques) contrôlées par la structure chimique et les conditions thermodynamiques (Lorient et al., 1988).

Tableau 19 : Effet du séchage par micro-ondes à différentes puissances et par lyophilisation sur le pouvoir gélifiant du fruit d'azérole

<i>C. azarolus</i>	Concentration[C]%									
	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Fruit frais	17,58±1.01 ^f	26,78±0.01 ^{def}	35,98±0.01 ^{def}	45,18±0.37 ^{cde}	54,38±0.89 ^{bce}	63,58±0.00 ^{cde}	72,78±0.70 ^{ab}	81,98±0.01 ^a	91,18±0.00 ^a	100±0.00 ^a
Fruit lyophilisé	13,58±0.01 ^{fg}	22,78±0.01 ^{ef}	31,98±0.01 ^{def}	41,18±0.00 ^{cdef}	50,38±0.31 ^{cd}	59,58±0.00 ^{bc}	68,78±0.21 ^{ab}	77,98±0.01 ^{ab}	87,18±0.00 ^a	96,38±0.02 ^a
Fruit Séché par Micro-onde										
100W	12,03±0.03 ^{fg}	19,49±0.00 ^f	26,95±0.01 ^{def}	34,41±0.00 ^{def}	41,87±2.67 ^{cdef}	49,33±0.01 ^{cd}	56,79±0.00 ^{bcd}	64,25±0.01 ^{ab}	71,71±0.00 ^{ab}	79,17±0.34 ^a
180W	10,6±0.01 ^g	17,3±0.00 ^f	24±0.00 ^{ef}	30,7±0.00 ^{def}	37,4±0.01 ^{def}	44,1±0.00 ^{cde}	50,8±0.00 ^{cd}	57,5±0.00 ^{bcd}	64,2±0.51 ^{ab}	70,9±0.01 ^{ab}
300W	6,58±0.00 ^h	11,78±0.00 ^g	16,98±0.00 ^f	22,18±0.01 ^{ef}	27,38±0.02 ^{def}	32,58±0.05 ^{def}	37,78±0.00 ^{cdef}	42,98±0.00 ^{cde}	48,18±0.69 ^{cd}	53,38±1.00 ^{bcd}
450W	9±0.00 ^g	14,4±0.06 ^{fg}	19,8±0.00 ^f	25,2±0.04 ^{ef}	30,6±0.01 ^{def}	36±0.04 ^{def}	41,4±0.04 ^{cdef}	46,8±0.31 ^{cde}	52,2±0.00 ^{bcd}	57,6±0.00 ^{bcd}
600W	12,44±0.00 ^{fg}	19,44±0.03 ^f	26,44±0.01 ^{def}	33,44±0.02 ^{def}	40,44±0.08 ^{cde}	47,44±0.11 ^{cd}	54,44±0.09 ^{bcd}	61,44±0.00 ^{bc}	68,44±0.00 ^{ab}	75,44±0.00 ^a
900W	9,91±0.00 ^g	14,63±0.00 ^{fg}	19,35±0.00 ^f	24,07±0.06 ^{ef}	28,79±0.21 ^{def}	33,51±0.00 ^{def}	38,23±0.01 ^{cdef}	42,95±0.01 ^{cde}	47,67±0.00 ^{cde}	52,39±0.10 ^{bcd}

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls)

2.5.5. Identification et quantification des composés phénoliques d'*Elaeagnus angustifolia* par HPLC

La valeur initiale des polyphénols totaux détectée par HPLC (Figures 52-59) dans les échantillons frais était de 285,86 mg /100 ms (Tableau 20). Les principaux composés phénoliques dans les oliviers de Bohèmes étaient par ordre de prépondérance décroissant : des acides hydrobenzoïques (76% du total des composés polyphénoliques), des acides hydrocinnamiques (23%), des flavan-3-ols (8%), des vanillines (0,23%) et des flavonols (0,11%). Les méthodes de séchage ainsi que les paramètres appliqués ont eu une influence significative sur les composants comparés aux échantillons frais (Figures 52 à 59).

Le séchage d'azérole par micro-onde à basses puissances 100, 180 et 300 W, a conduit à des teneurs plus élevées en polyphénols dans les produits séchés (de 92,51 à 97,07 mg / 100 ms). Cependant, l'augmentation de la puissance des micro-ondes provoquant des températures plus élevées du matériau séché a entraîné une baisse de la teneur en polyphénols (Cas de séchage à 450, 600 et 900 W). Le tableau 20 montre une réduction intensive de la teneur en polyphénols jusqu'à atteindre une valeur minimale de 43,31 mg / 100g de ms pour la puissance de 900W.

L'analyse du contenu de chaque composé phénolique dans les échantillons d'oliviers de Bohèmes lyophilisés a montré quel'acide benzoïque était le plus stable pendant le séchage. Le contenu des acides vanilliques dans les échantillons séchés variait de 00,0% à 37,17% de la valeur initiale d'acide vanillique (193 mg / 100g de ms). Le contenu le plus élevé a été déterminé dans les échantillons d'oliviers de Bohèmes séchés par micro-ondes à 100 W (71,86 mg / 100g de ms), 180 W (57,18 mg / 100g de ms), et 300W (50,36 mg / 100g de ms). Ces acides ne sont pas détectés dans les échantillons séchés par micro-onde à 450 W ,900 W et dans la pulpe du fruit d'olivier de Bohème lyophilisé). Les acides hydroxycinnamiques les plus prédominants dans les échantillons d'olivier de Bohème sont l'acide sinapique et l'acide férulique. Les changements les plus significatifs dans le contenu des polyphénols ont été observés dans le groupe des vanillines ainsi que dans celui des flavan-3-ols. La catéchine et l'épicatéchine sont les représentants majeurs des flavan-3-ols du fruit *Elaeagnus angustifolia*. La teneur en catéchine gallate (24,46 mg / 100g de ms) était importante dans les pulpes des fruits frais à et absente dans les fruits d'oliviers de Bohèmes séchés par les deux procédés utilisés.

Tableau 20 : Effet du séchage par micro-ondes à différentes puissances et par lyophilisation sur les composés phénoliques du fruit d'olivier de Bohème(mg/100g ms)

<i>mg /100 g MS de fruit (E.angustifolia)</i>	Fruit frais	Fruit séché par micro-onde à différentes puissances (Watts)						Fruit lyophilisé
		100	180	300	450	600	900	
Acide phénoliques								
Acides hydrobenzoïques :								
Acide benzoïque	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	10,24±2,12 ^a
4- Hydroxybenzoïque	-	-	-	-	-	-	-	-
Acide vanilique	193,29±04,21 ^a	71,863±0,00 ^b	57,48±2,90 ^c	50,36±0,93 ^d	37,21±0,07 ^e	26,29±0,21 ^g	0,00±0,00 ^g	0,00±0,00 ^b
Acide gallique	0,00±0,00	0,00±0,00	0,00±0,00	0,00±0,00	0,00±0,00	0,00±0,00	14,00±3,67	0,00±0,00
Acide hydroxycinnamique :								
Acide caféique	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Acide chlorogénique	0,00±0,00 ^C	0,00±0,00 ^C	0,00±0,00 ^C	1,50±0,05 ^b	0,00±0,00 ^C	1,85±0,11 ^a	0,00±0,00 ^C	0,00±0,00 ^C
Acide férulique	22,4± 3,17 ^a	8,08±0,01 ^f	8,18±0,02 ^d	8,12±0,01 ^{ef}	8,24±0,03 ^C	8,14±0,03 ^{de}	8,07±0,02 ^f	8,82±0,01 ^b
Acide sinapique	26,42±2,30 ^a	9,52±0,01 ^b	9,49±0,01 ^{bc}	9,51±0,03 ^b	9,46±0,01 ^{bc}	9,50±0,01 ^{bc}	9,45±0,01 ^C	1,85±0,00 ^d
p-coumarique	18,30±0,7 ^a	6,30±0,05 ^h	6,81±0,02 ^d	6,70±0,01 ^f	6,73±0,01 ^e	6,89±1,02 ^c	6,66±0,01 ^g	7,61±0,02 ^b
flavonoïdes :								
Isoquercétine	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	1,89±0,04 ^e
Favonols :								
Rutine	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,05±0,01 ^b	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,03±0,00 ^c	0,00±0,00 ^d	1,75±0,13 ^a
Quercétine	0,32±0,05 ^a	0,11±0,00 ^c	0,11±0,00 ^c	0,15±0,03 ^b	0,10±0,00 ^d	0,08±0,00 ^e	0,08±0,02 ^f	0,00±0,00 ^g
Hyperoside	-	-	-	-	-	-	-	-
Antocyanines :								
Ideain chloride	-	-	-	-	-	-	-	-
Flavan-3-ols:								
Gallocatechine	-	-	-	-	-	-	-	-
Galloépicatéchine	-	-	-	-	-	-	-	-
Catéchine	0,00±0,00 ^c	0,00±0,00 ^c	0,00±0,00 ^c	1,27±0,02 ^a	0,42±0,01 ^b	0,00±0,00 ^c	0,00±0,00 ^c	0,00±0,00 ^c
Epicatechine	0,00±0,00 ^g	0,00±0,00 ^g	3,69±0,02 ^f	3,86±0,03 ^e	3,70±0,01 ^d	6,48±1,20 ^c	4,77±1,30 ^b	16,22±3,10 ^a
Epigallocatechine	0,00±0,00 ^d	0,10±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,01±0,00 ^c	0,00±0,00 ^d	1,13±0,01 ^a
Catéchinegallate	24,46±6,18 ^a	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Procyanidine B2	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	11,01±0,06 ^b	10,80±0,20 ^c	0,00±0,00 ^d	11,16±0,05 ^a	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d
Stilbenoides :								
Resveratrol	-	-	-	-	-	-	-	-
Tannins :								
Acide éllagique	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,03±0,00 ^a
Phloridzine								
	-	-	-	-	-	-	-	-
Vanilline	0,67±0,02 ^a	0,23±0,01 ^g	0,25±0,01 ^e	0,24±0,01 ^f	0,28±0,01 ^d	0,37±0,02 ^c	0,28±0,01 ^d	0,43±0,04 ^b
Polyphénol totaux	285,86	96,2	97,07	92,51	66,14	70,8	43,31	77,92

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls)

Les épicatechines et épicatechines gallates sont principalement concentrées dans la pulpe du fruit d'olivier de Bohême. Ces molécules étaient totalement absentes dans le fruit frais et apparaissent après le séchage ; pour le séchage par micro-ondes, la puissance 600W a donné le meilleur contenu $6,48 \pm 1,20$ mg /100 g ms qui demeure faible devant celui obtenu dans les échantillons lyophilisés $16,22 \pm 3,10$ mg /100 g ms.

Ce comportement peut être dû au fait qu'un grand pourcentage de composés phénoliques est lié aux cellules structurales et le traitement de séchage produit la libération des constituants liés à la matrice pour les rendre plus accessibles en extraction.

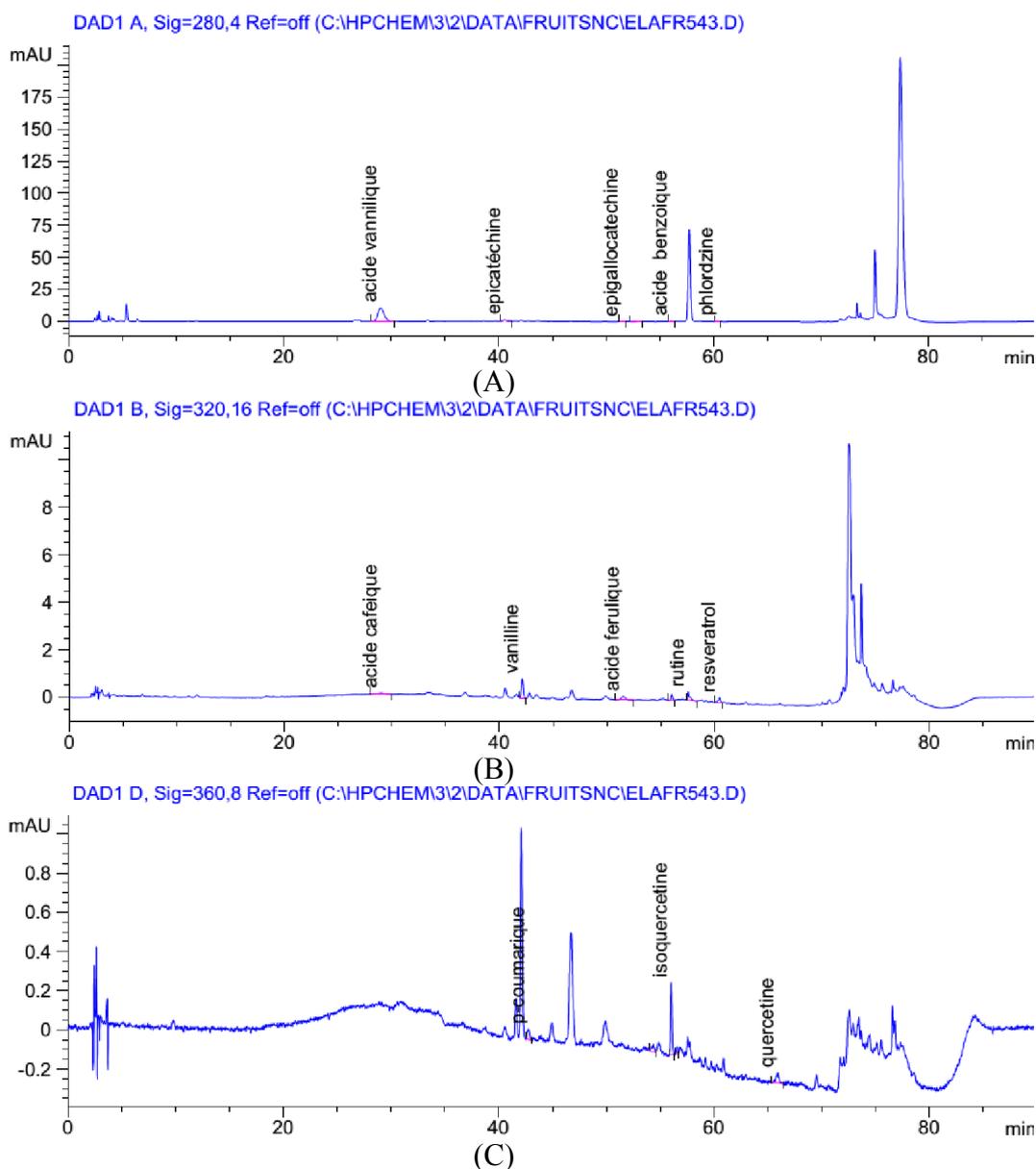


Figure 52 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* frais analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).

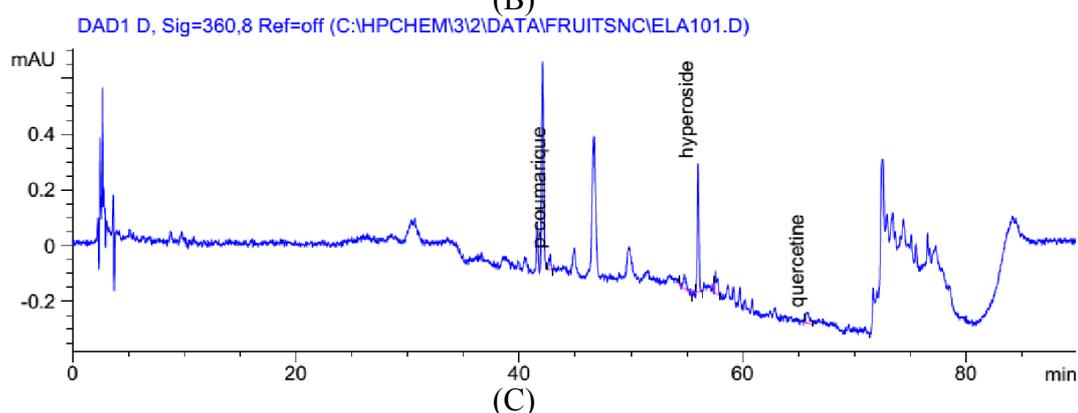
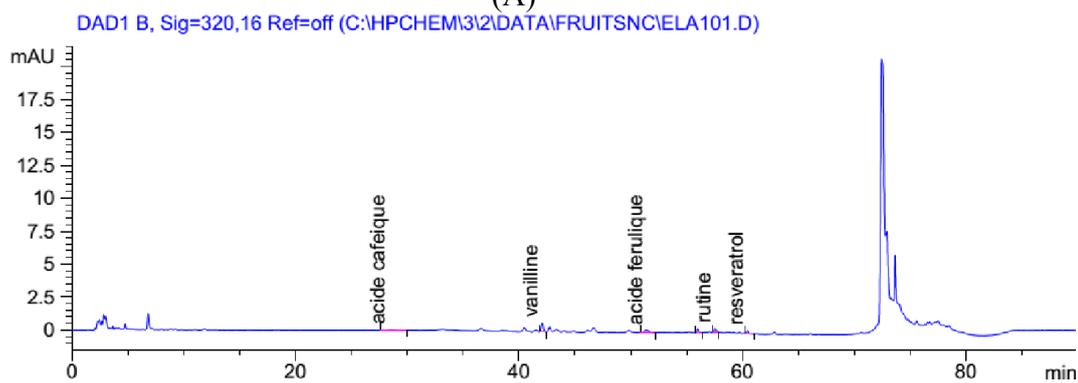
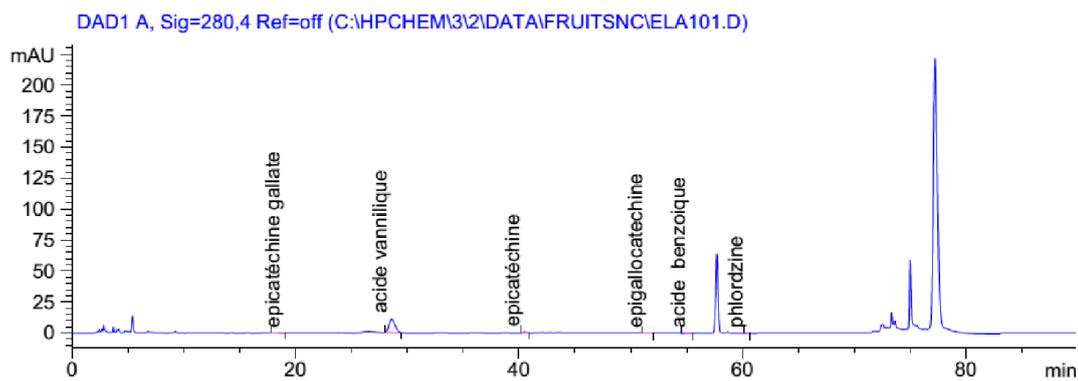
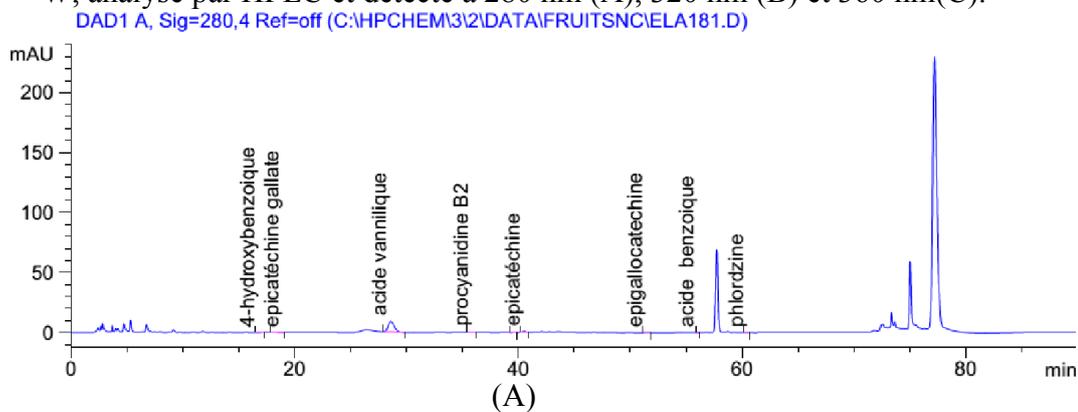


Figure 53 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à puissance 100 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



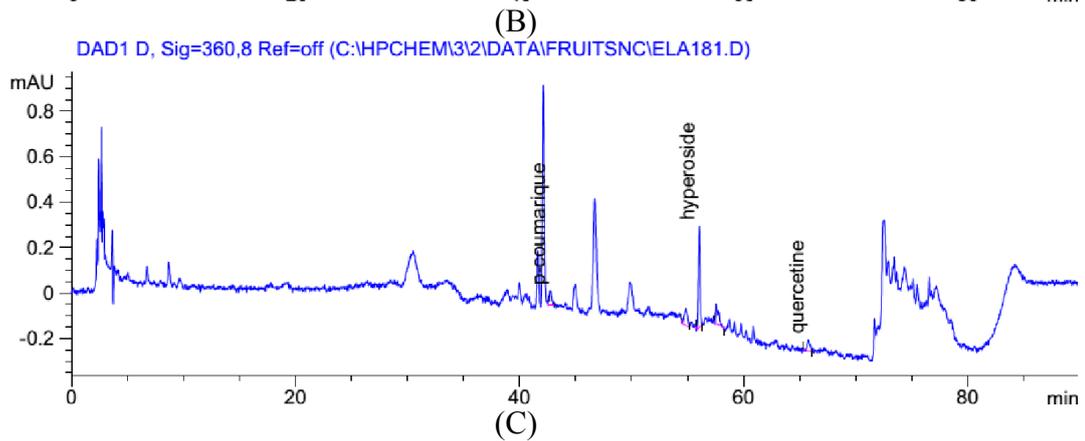
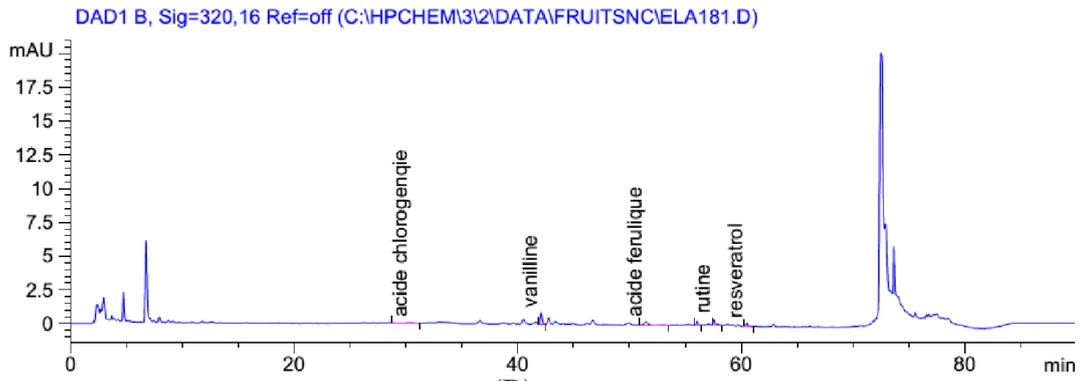
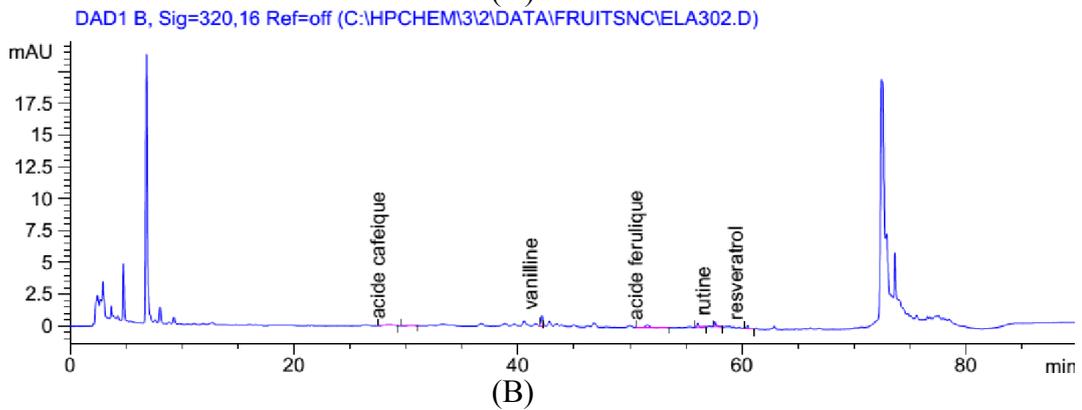
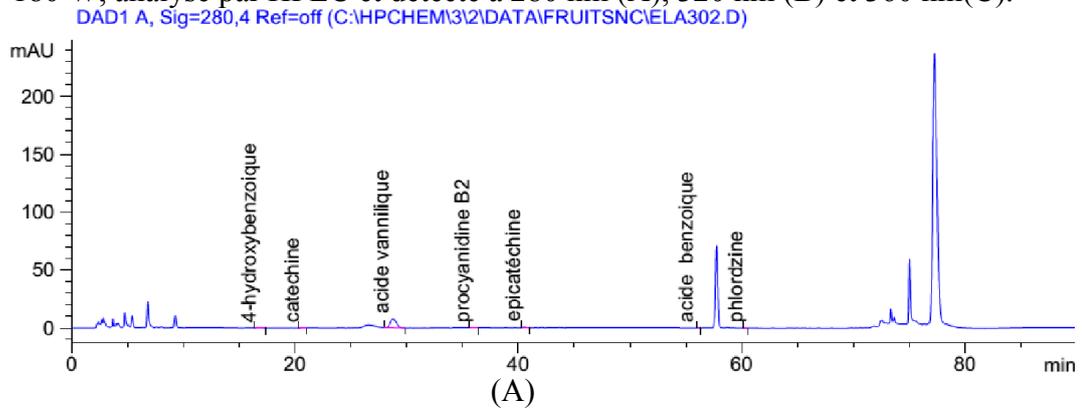


Figure 54 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à puissance 180 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm(C).



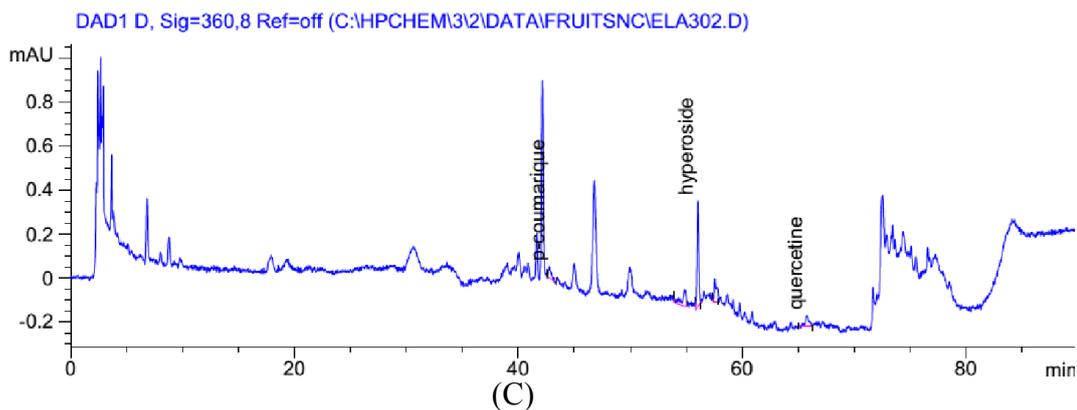


Figure 55 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à puissance 300 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm(C).

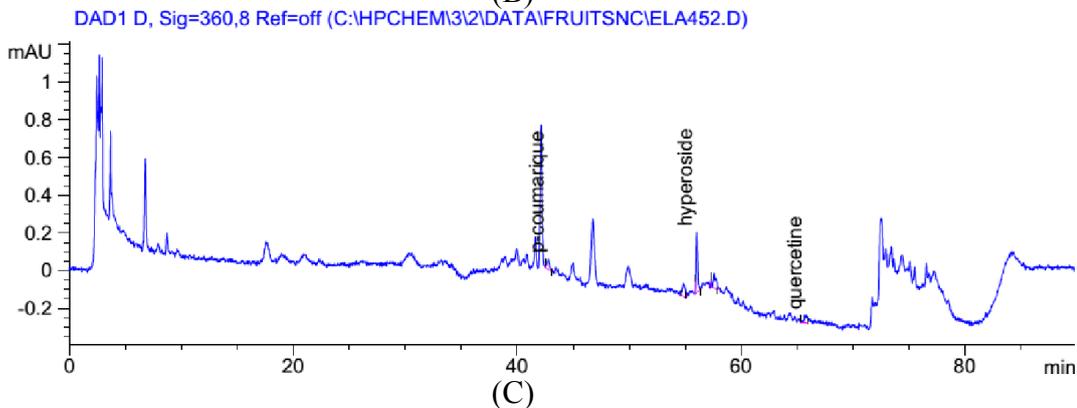
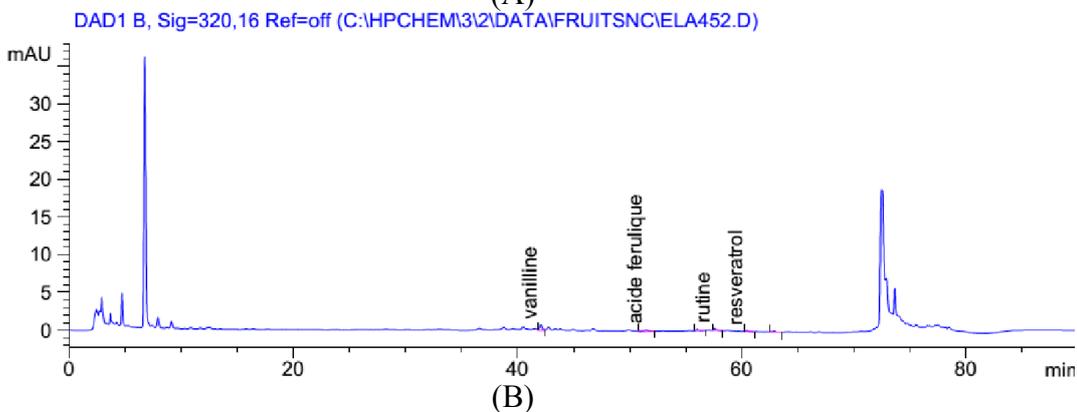
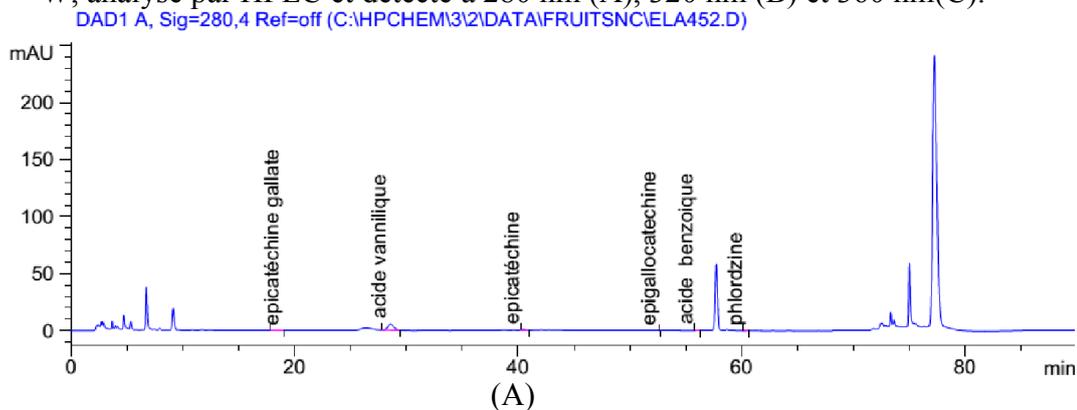


Figure 56 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à la puissance 450 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm(C).

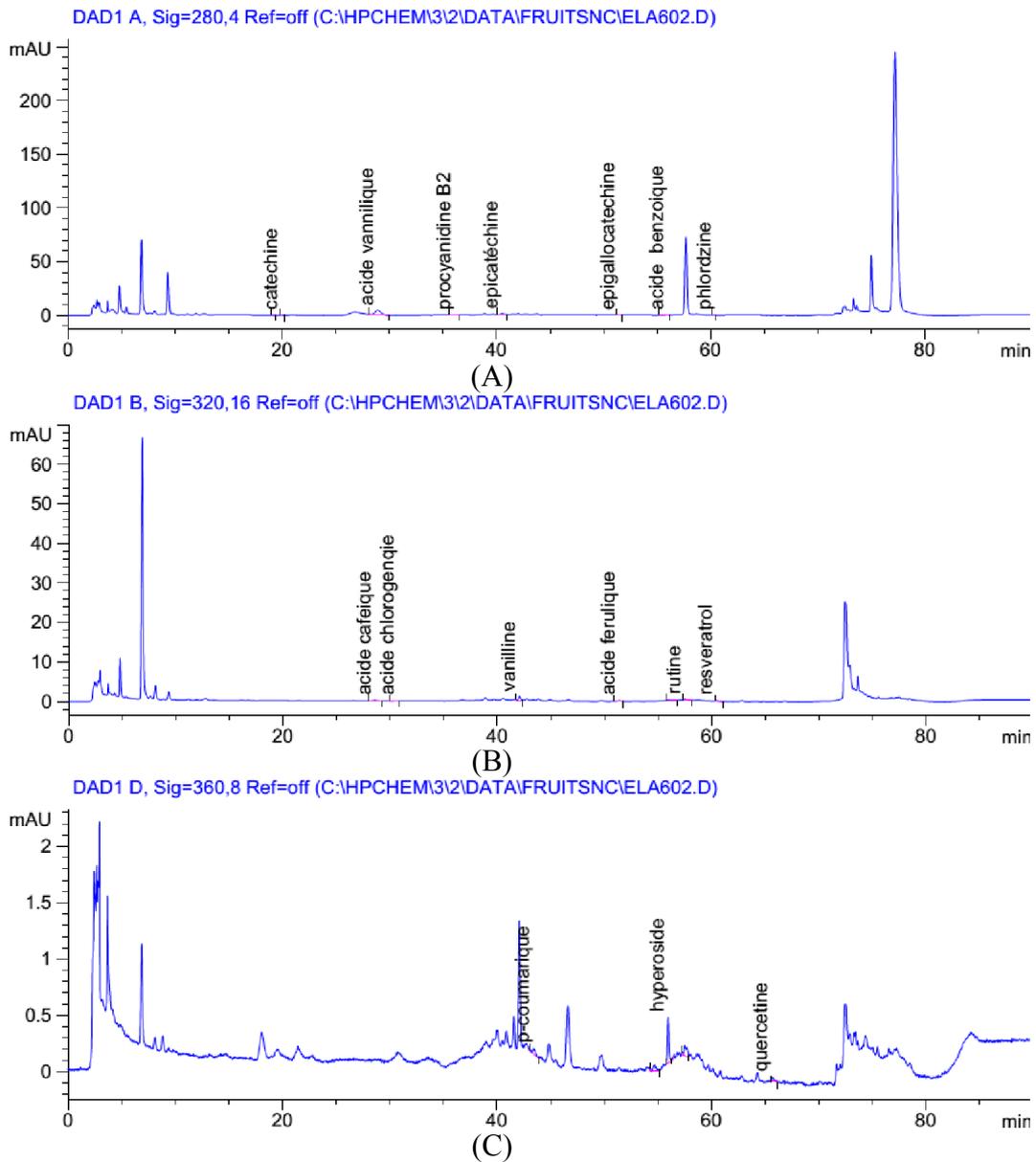
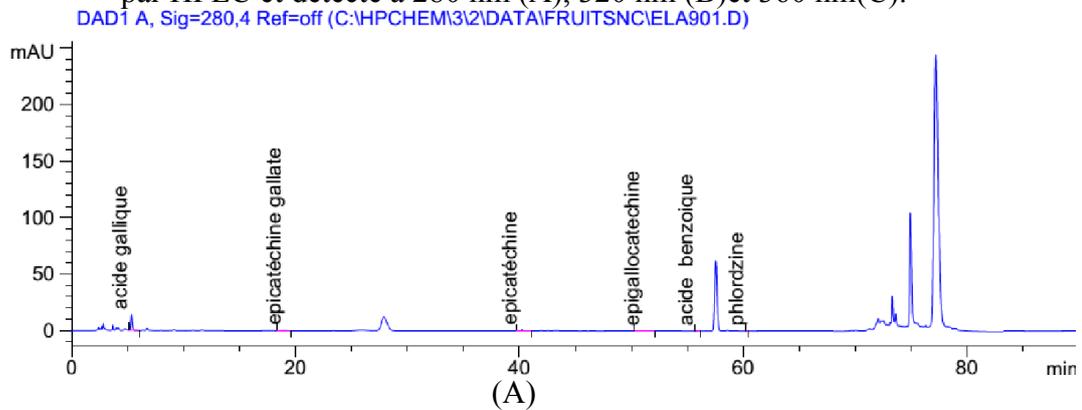


Figure 57: Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à puissance 600 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



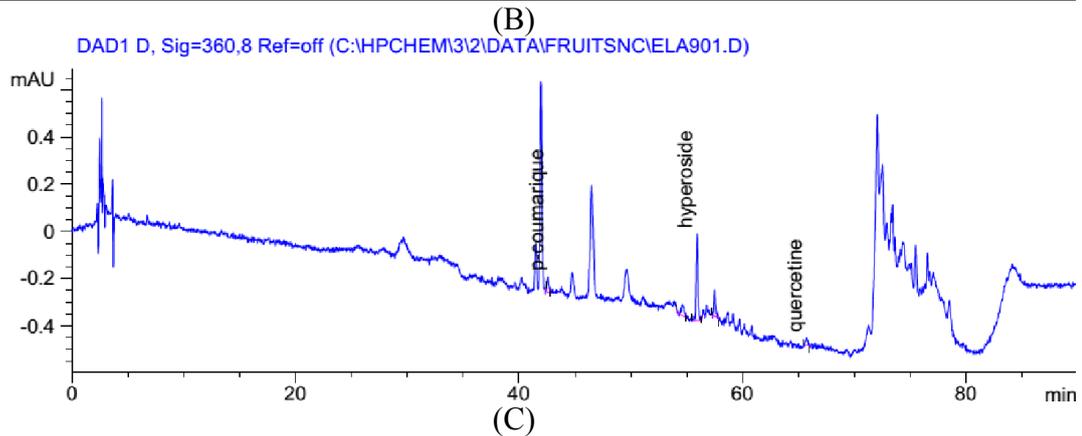
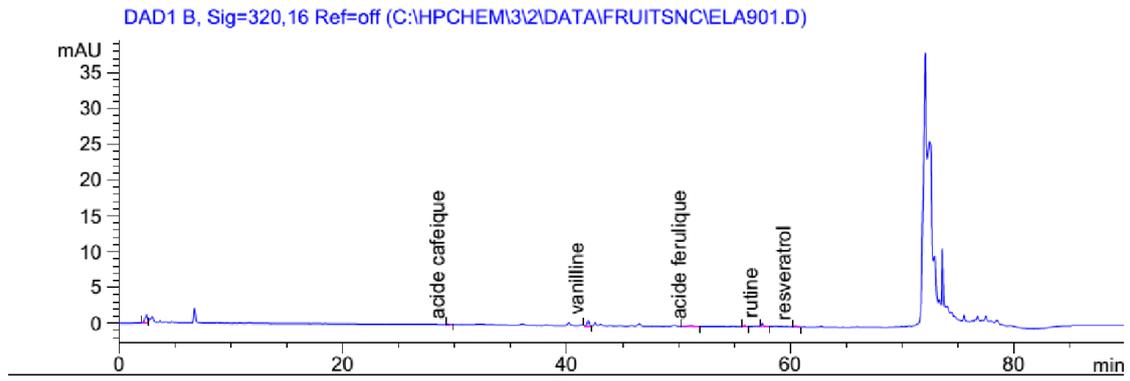
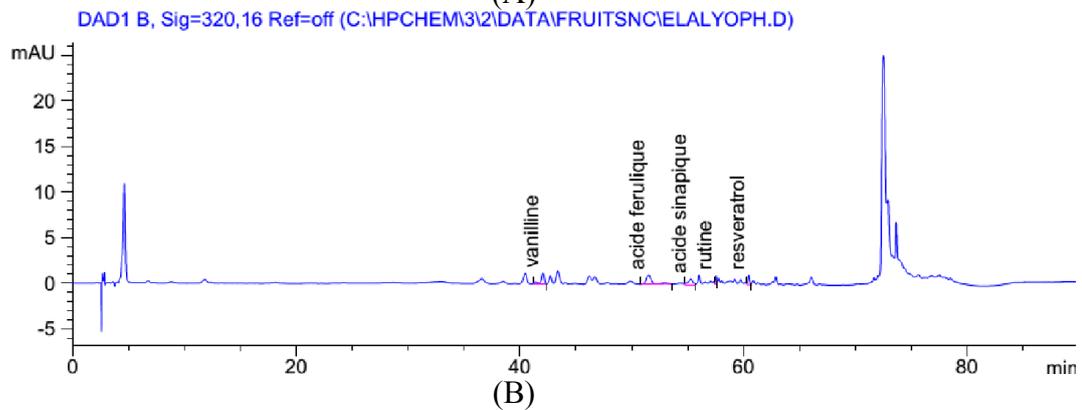
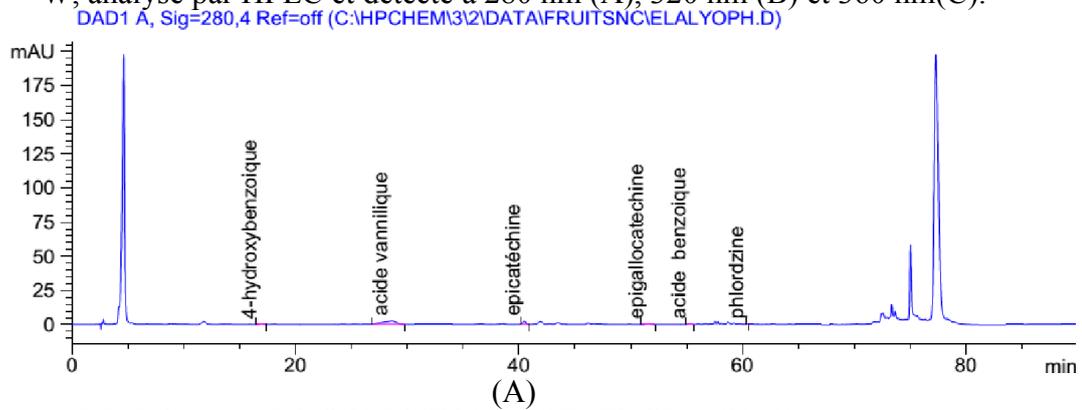


Figure 58 : Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* séché par micro-onde à puissance 900 W, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).



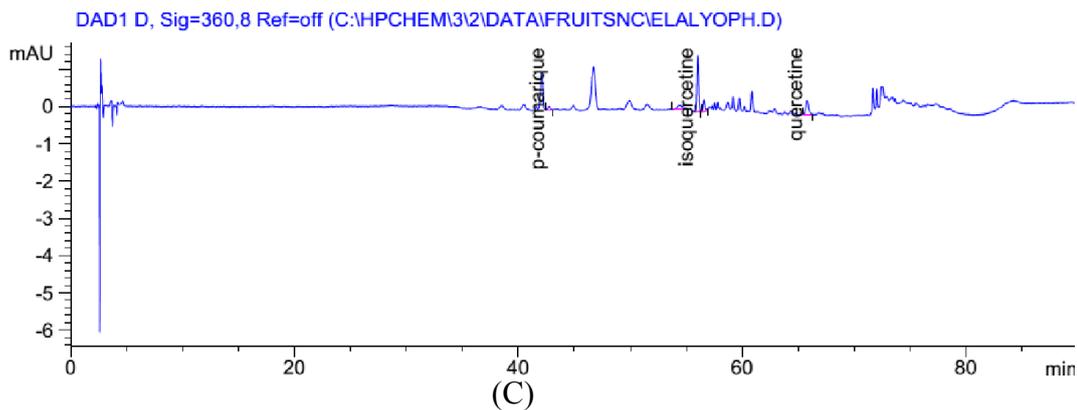


Figure 59: Chromatogrammes (A), (B) et (C) représentant les composés phénoliques du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* lyophilisé, analysé par HPLC et détecté à 280 nm (A), 320 nm (B) et 360 nm (C).

2.5.6. Effet du séchage sur les propriétés antioxydantes de la pulpe du fruit d'olivier de Bohème

2.5.6.1. Polyphénols totaux

Les contenus en polyphénols totaux des oliviers de Bohèmes frais et secs sont présentés dans le tableau 21. La teneur en polyphénols totaux des fruits d'oliviers de Bohèmes frais a été de 420,57 mg de GAE / 100 g ms. Dans les fruits séchés par micro-ondes à différentes puissances, elle variait de 88 à 185,75 mg GAE / 100 g ms.

Une diminution significative ($p < 0,05$) dans le contenu en polyphénols totaux a été observée après séchage des échantillons par les deux procédés (lyophilisation et micro-ondes à différentes puissances) par rapport à l'échantillon frais.

Les pertes en polyphénols totaux dans les échantillons séchés par micro-onde à 600, 100 et 300 W étaient de 70,04, 69,32 et 69,32%, respectivement. Alors que les pertes en des polyphénols totaux dans les échantillons séchés à des puissances 450 et 900 W étaient de 76,04 à 69,07% respectivement.

De plus, il a été constaté que les polyphénols totaux d'oliviers de Bohèmes dans les échantillons ayant subi un séchage par micro-ondes à des puissances peu élevées ont augmenté de rétention polyphénols totaux. En raison du chauffage rapide et du temps de séchage court, cela pourrait entraîner l'inactivation de l'oxydation enzymatique, réduire le temps de contact avec l'oxygène et la lumière et contribuer à une meilleure protection des composés phénoliques. Par conséquent, les fruits séchés par lyophilisation avaient plus de rétention des polyphénols totaux par rapport à celles séchés par micro-onde à différentes puissances.

2.5.6.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes contribuent beaucoup aux propriétés antioxydantes du produit végétal. La teneur en flavonoïdes des fruits de l'olivier de Bohème frais était 143,25

mg EQ/L.ms (Tableau 21). Pour les échantillons séchés par micro-ondes, il apparaît, que l'augmentation de la puissance des micro-ondes de 100 à 900 W entraîne une diminution des teneurs en flavonoïdes (de $89.73 \pm 2,87$ à $41,51 \pm 7.81$ mg EQ/L), mais les valeurs restent inférieures à celles des fruits frais. Cette observation pourrait s'expliquer par le fait que la forte puissance des micro-ondes induit un échauffement adéquat des fruits qui améliore l'extraction des flavonoïdes et / ou induit le développement de composés antioxydants (polymérisation ou réaction de Maillard).

Une plus grande puissance induit des dégradations de ces molécules et d'autres antioxydants. Ainsi, la puissance micro-ondes limite appropriée pour obtenir la teneur la plus élevée en flavonoïdes totaux semble être de 600 W.

L'application d'une puissance de micro-onde élevée (> 600W) pour le séchage des fruits d'olivier de Bohême conduit à la dégradation des composés phénoliques. Jawad et Langrish (2012), ont rapporté que la puissance hyperfréquence élevée provoque le déclenchement de la réaction de Maillard qui conduit à la formation des sous-produits de réaction de Maillard appelés mélanoidines. Ces produits ont été caractérisés par leur forte activité antioxydante (Wagner et al., 2002).

2.5.6.3. Flavan-3-ols

La teneur en flavan-3-ols semble être plus faible dans les échantillons traités par micro-ondes à différentes puissances et était plus élevée que dans les fruits frais (0,84 mg catéchine/g.ms). Une teneur statistiquement plus élevée en flavan-3-ols a été mesurée dans l'olivier de Bohême lyophilisé (1,53mg catéchine/g.ms); La congélation rapide détermine les cristaux de glace à croître dans les cellules avec une très faible séparation des cellules et beaucoup moins de dégâts.

2.5.6.4. Anthocyanes

La présence des pigments anthocyanes et caroténoïdes et rarement à des pigments chlorophylliens est responsable en général de la couleur des fruits (Sass-Kiss et al., 2005). Les pulpes des fruits d'*Elaeagnus angustifolia* contenaient 1,40 mg de cyanidine par 100 g de matière sèche) (Tableau 21). Le séchage a entraîné une diminution significative de la teneur en anthocyanes entre 38 ((à 100 W) 84%(900 W)) et de 88% par les restes des puissances utilisées et les produits lyophilisés respectivement par rapport à la matière première.

La stabilité des anthocyanes dépend de leur structure, de leur capacité de copigmentation, de leur aptitude à lier des molécules de sucre et acylation avec des acides (Inami et al., 1996 ;Wrolstad et al., 2005). Une combinaison de températures

plus élevées et d'aération crée un milieu favorable à l'activité enzymatique présente dans les fruits, ce qui entraîne à son tour la perte partielle des anthocyanes (Mejia-Mezaal, 2008).

2.5.6.5. Proanthocyanidines

Les différentes conditions de séchage aux micro-ondes n'ont pas affecté significativement les proanthocyanidines. Les fruits séchés à 100 W pendant 5 min et à 450W possédaient les plus hauts niveaux en proanthocyanidines. Contrairement à la teneur totale en polyphénol qui a été significativement modifiée par le séchage en effet ces molécules sont connues par leur stabilité. Cependant les échantillons séchés à 600W ont vu baisser leur teneur en proanthocyanidines.

Le tableau 21 montre que différentes méthodes de séchage affectent également les propriétés antioxydantes des fruits séchés. Les fruits séchés par micro-onde à 450 W avaient la teneur la plus élevée en proanthocyanidines (62,25 mg de catéchine équivalent / 100 g ms), suivie d'une lyophilisation (61,5 mg de catéchine équivalent / 100 g ms). En revanche, les fruits séchés en utilisant le lyophilisateur avaient les plus hauts niveaux des proanthocyanidines. Global, le séchage par micro-ondes et la lyophilisation se sont avérés les plus appropriés méthodes de déshydratation des d'oliviers de Bohème, ces méthodes conservant des niveaux élevés de composés bioactifs.

Dans cette étude a déterminé l'impact de différentes puissances micro-ondes allant de 100 à 900 W sur les proanthocyanidines des fruits d'olivier de Bohème. Le tableau 21, montre que plus la puissance de micro-onde est élevée, plus le temps est court nécessaire pour sécher les fruits d'olivier de Bohème à poids constant. Tous les échantillons séchés ont montré une faible teneur en eau (8%). La faible teneur en eau et l'activité de l'eau minimisent les activités microbiennes et enzymatiques ainsi que l'oxydation des composés bioactifs. Après irradiation, la couleur des fruits change du jaune au brun foncé. Le changement de la couleur peut s'expliquer par la dégradation des pigments, l'oxydation des polyphénols ainsi que de réaction de brunissement non enzymatiques, d'où la caramélisation et la réaction de Maillard surviennent pendant le processus de séchage.

Tableau 21 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanes, proanthocyanidines, acide ascorbique, β -Carotène et α -Tocophérol du fruit d'olivier de Bohème

Fruit <i>Elaeagnus angustifolia</i> L (Olivier de Bohème)								
Méthodes De Séchage	Polyphénols (mg GAE /100g ms)	Flavonoïdes (mg EQ/L ms)	Flavan-3-ols (mg catéchine/ g de ms)	Anthocyanes (mgde Cyanidine chlorure/ 100 gms)	Proanthocyanidines (mg catéchine équivalents /100 g ms)	Acide ascorbique	β -Carotène	α -Tocophérol
						(mg.100 g ⁻¹ ms)		
Fruit frais	420,57±0,002 ^a	143,25±12,69 ^a	0,84±0,00 ^b	1,40±0,00 ^a	74,250±05,00 ^a	7,03±0,06 ^a	3,83±0,00 ^a	2,00±0,06 ^a
Fruit lyophilisé	361,25±0,04 ^b	68,30±3,68 ^{bcd}	1,53±0,00 ^a	0,17±0,02 ^{ab}	61,50±2,00 ^a	3,30±0,04 ^h	0,98±0,00 ^e	1,94±0,02 ^a
Fruit Séché par Micro-onde								
100W	127,50±0,003 ^d	41,51±7,81 ^d	0,13±0,05 ^c	0,86±0,00 ^{ab}	60,75±1,00 ^a	4,58±0,09 ^f	2,70±0,03 ^b	1,60±0,02 ^{bc}
180W	185,75±0,01 ^c	60,71±1,46 ^{bcd}	0,34±0,00 ^c	0,27±0,00 ^{ab}	48,00±8,05 ^a	4,75±0,00 ^e	0,77±0,02 ^f	1,04±0,01 ^d
300W	129,00±0,007 ^d	70,75±5,89 ^{bc}	0,23±0,02 ^c	0,45±0,00 ^{ab}	58,50±8,00 ^a	6,39±0,03 ^c	1,51±0,00 ^c	1,10±0,05 ^d
450W	100,75±0,00 ^e	66,74±1,15 ^{bcd}	0,22±0,05 ^c	0,51±0,02 ^{ab}	62,25±0,00 ^a	6,13±0,66 ^d	0,61±0,03 ^h	1,47±0,09 ^c
600W	126,00±0,003 ^d	89,73±2,78 ^b	0,47±0,02 ^{bc}	0,77±0,00 ^{ab}	20,25±3,12 ^b	6,82±0,02 ^b	0,72±0,01 ^g	1,65±0,03 ^b
900W	88,00±0,00 ^e	52,00±1,83 ^{cd}	0,31±0,01 ^c	0,22±0,00 ^{ab}	55,50±4,09 ^a	3,82±0,35 ^g	1,19±0,04 ^d	1,05±0,00 ^d

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%**(méthode de Newman et Keuls)**

2.5.6.6. Acide ascorbique

L'acide ascorbique est généralement utilisé comme marqueur pour la dégradation des éléments nutritifs, il est tellement sensible (Rickman et al., 2007).

La vitamine C peut être acceptée comme la vitamine la plus importante dans fruits et légumes pour la nutrition humaine (Igual et al., 2012). Le contenu en vitamine C dans les fruits et légumes peut être affecté par plusieurs des facteurs tels que l'oxygène, la chaleur et la lumière. Sa rétention peut être évaluée comme indicateur de qualité des opérations de séchage. Selon Santos et Silva (2008), a rapporté que la température de séchage et le temps étaient les facteurs les plus critiques qui affectent la perte de vitamine C. En outre, la concentration d'oxygène dans l'atmosphère au cours du séchage a affecté le contenu final de la vitamine C dans le produit séché.

On a constaté que la teneur en vitamine C des oliviers de Bohèmes frais était 7,03 mg AA / 100 g de ms (Tableau 21). La teneur en La vitamine C des oliviers de Bohèmes déchargés a décliné de manière significative ($p < 0,05$), dans toutes les conditions de séchage par rapport à celles fraîches. Cela pourrait être expliqué par des processus oxydatifs irréversibles pendant le processus de séchage. Il est clair que la teneur en acide ascorbique dépend de la température et du temps de séchage.

La teneur en vitamine C des oliviers de Bohèmes séchés par lyophilisation est de 3,30 mg/ 100 g ms, ce qui signifie plus de 53,05 % de vitamine C est perdue au cours du séchage. Toutes les opérations de séchage ont un effet néfaste sur la rétention de l'acide ascorbique.

La teneur en vitamine C des échantillons séchés par micro-onde est considérablement détériorée à basse puissance (dans le cas à 100 W est 4,58 mg AA/ 100 g ms et à 180 W est 4,75 mg AA/ 100 g ms) et une forte puissance (900W 3,82 AA est mg/ 100 g ms).

L'acide ascorbique est sensible aux températures élevées à haute teneur en eau. Pour pallier la perte d'acide ascorbique, il est judicieux de réduire les temps de séchage courts, de travailler à basses températures et à des faibles niveaux d'humidité et d'oxygène. Les données dans le tableau (21) montrent que l'augmentation de la puissance de micro-ondes de 100 à 180 W diminue les quantités de l'acide ascorbique respectivement de 34,85 à 32,85%. En outre, l'augmentation de la période de traitement des micro-ondes diminue les concentrations en acide ascorbique (9,10 à 360 W et 45,66 à 900 W). Par ailleurs, l'augmentation de la période de traitement des

micro-ondes entraîne une réduction des concentrations de l'acide ascorbique d'oliviers de Bohèmes.

L'application de micro-onde a provoqué une réduction du temps de contact qui a réduit la dégradation de teneur en vitamine C des fruits d'oliviers de Bohèmes étudiés. Oxydation et thermolabilité sont principalement responsables de la dégradation de cette vitamine. Gregory (1996) a affirmé que la dégradation de l'acide ascorbique était principalement due à l'oxydation de l'acide ascorbique par voie déshydrations d'acide ascorbique, puis par hydrolyse à acide 2,3-dicétogulonique et la polymérisation. Le processus de séchage a accéléré l'oxydation de l'acide ascorbique. De plus, du temps de séchage est moyennement longs (des puissances de micro-onde variaient ente (300 W et 450 W) a eu un effet négatif sur la teneur en acide ascorbique (à 450 W est 6,13 AA mg/ 100 g ms)(Khazaei et al.,2008).

2.5.6.7.β-Carotène

Le β-carotène est responsable de la couleur spécifique d'olivier de Bohème. L'évolution du contenu en β-carotène, pour les deux méthodes de séchage étudiées, ont montré différents comportements de β-carotène (Tableau 21). Le séchage par micro-onde à 100 Watts (3,83 mg/100g ms de β-carotène) a causé moins de perte de carotène par rapport au séchage par sublimation (β-carotène d'azérole lyophilisé est 0,98 mg/100g ms).

Les caroténoïdes sont des pigments liposolubles présents dans les feuilles vertes et les légumes rouges et jaunes. Chimique les changements des pigments caroténoïdes sont causés par la chaleur et l'oxydation pendant le séchage. En général, des temps de séchage plus longs et des températures de séchage plus élevées produisent pertes pigmentaires. Les données du tableau (21) on a constaté que le séchage des fruits des oliviers de Bohème par un micro-onde à une puissance de 450 W contienne la plus faible en teneur en β-carotène à 0,61mg / 100g sur le poids sec.

L'augmentation aux niveaux des puissances au cours de séchage par micro-onde des pulpes des fruits d'oliviers de Bohèmes ont donné une diminution de la teneur en β-carotène, comme le montre le tableau 21, le β-carotène est dégradé par isomérisation à des températures élevées et à l'oxydation. Ces derniers peuvent être suivre par trois voies différentes (auto-oxydation, photo-oxydation et oxydation enzymatique par les lyopoxigénases (Karabulut et al, 2007; Pénicaud et al., 2012).

Le séchage par micro-onde a entraîné une moindre diminution par rapport à la méthode de la lyophilisation. La transformation industrielle d'oliviers de Bohèmes

peut être améliorée en utilisant moins l'énergie (puissance) car le temps de séchage est réduit et les fruits secs ont une teneur en β -carotène plus élevée et une bonne couleur (Igual et al., 2011).

2.5.6.8. α -Tocophérols

La vitamine E, qui comprend un certain nombre de tocophérols, est soumise à une dégradation de l'exposition à l'oxygène et aux rayonnements UV et la présence de fer (Kamal-Eldin et Appelqvist, 1996). La teneur en α -tocophérols dans les oliviers de Bohèmes frais était de 2 mg/100 g matière sèche (Tableau 21).

Le processus de séchage a causé des pertes significatives mais non importantes dans la teneur en tocophérols par rapport à la matière première.

La teneur en α -tocophérols dans les oliviers de Bohèmes après le séchage par micro-ondes à différentes puissances, a montré que l'exposition plus courte à haute puissance a entraîné une meilleure rétention de α -tocophérols.

La comparaison du séchage par lyophilisation du fruit d'olivier de Bohème, a montré que moins de perte des α -tocophérols.

2.5.7. Effet de séchage sur l'activité antioxydante de la pulpe du fruit d'olivier de Bohème

La capacité antioxydante des pulpes fraîches et séchées d'olivier de Bohème était déterminée par les méthodologies DPPH, FRAP et ORAC ont été largement utilisées pour évaluer l'activité de piégeage des radicaux libres de diverses substances antioxydantes. DPPH est un radical libre stable qui donne lieu à la couleur violet foncé dans une solution de méthanol, caractérisé par une longueur d'onde à environ 520 nm. Dans le test DPPH, les antioxydants qui peuvent donner de l'hydrogène sont capables de réduire la stabilité DPPH à la forme non radicale de DPPH-H de couleur jaune.

2.5.7.1. Test de DPPH

Le test DPPH était la première méthode utilisée pour évaluer l'effet du séchage sur les valeurs des antioxydants d'olivier de bohème séché par deux techniques. La moyenne de DPPH dans olivier de Bohème était de $77,87 \pm 1,91 \mu\text{g TE} / \text{g ms}$. La moyenne la plus élevée du total DPPH a été observée dans un échantillon de lyophilisation et le plus bas dans le micro-onde à 900 W. Des valeurs de DPPH successivement plus faibles ont été observées dans le fruit *d'Elaeagnus angustifolia* séché à des puissances d'élevées. Le DPPH d'olivier de Bohème a été significativement affecté par la puissance et les méthodes de séchage ($p < 0,05$).

Tableau 22 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur l'activité antioxydante d'olivier de Bohême utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC.

Fruit Elaeagnus angustifolia L (Olivier de Bohême)

Méthodes de séchage	DPPH ($\mu\text{g TE / g ms}$)	FRAP ($\mu\text{M Fe(II)/g ms}$)	ORAC ($\mu\text{M TE/g ms}$)
Fruit frais	77,87 \pm 1,91 ^a	291,15 \pm 57,00 ^c	604,3 \pm 3,10 ^c
Lyophilisation	67,73 \pm 6,69 ^a	1644,81 \pm 93,27 ^a	545,8 \pm 4,93 ^f
Micro-onde à différentes puissances			
100W	51,38 \pm 2,86 ^b	317,26 \pm 68,76 ^c	536,10 \pm 2,06 ^g
180W	43,40 \pm 0,95 ^{bc}	487,22 \pm 16,71 ^{bc}	637,47 \pm 0,85 ^b
300W	40,02 \pm 1,91 ^{bcd}	552,55 \pm 10,92 ^{bc}	669,63 \pm 5,59 ^a
450W	27,17 \pm 13,38 ^{cd}	847,25 \pm 33,59 ^b	554,62 \pm 1,37 ^b
600W	24,47 \pm 0,95 ^{cd}	724,32 \pm 35,55 ^b	563,39 \pm 3,46 ^e
900W	22,44 \pm 0,77 ^d	804,61 \pm 51,07 ^b	569,24 \pm 1,98 ^d

a, b, c, d, e, f : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(**méthode de Newman et Keuls**).

Le séchage au micro-onde gagne en popularité car il présente des avantages par rapport à d'autres types de séchage, comme la réduction de temps de séchage du matériel biologique (Arslan et Özcan, 2010) et plus économe en énergie (Yang et al., 2010), avec une perte de qualité minimale. Lyophilisation serait la meilleure méthode d'élimination de l'eau avec une qualité de produit finale la plus élevée comparée à un autre séchage thermique des méthodes dans lesquelles l'utilisation de la lyophilisation comme traitement de séchage a été rapportée pour conserver les caractéristiques qui sont plus proche de l'aspect caractéristique des plantes fraîches (Venskutonis, 1996) et capable de préserver la capacité antioxydante des plantes en minimisant la perte de composés phénoliques libres et liés ainsi que les flavonoïdes totaux et liés (Hung et Duy, 2012). Le séchage thermique a été rapporté comme ayant le moins d'effet sur le pourcentage d'activité de piégeage de DPPH.

L'activité antioxydante la plus élevée des fruits séchés par micro-ondes (moyenne puissance) était la plus probablement en raison du temps d'exposition à la chaleur le plus court car le temps de séchage prolongé peut éliminer les composés volatils d'échantillons (Dwivedy et al., 2012).

Tous les fruits lyophilisés présentent les meilleures propriétés antioxydantes

que les fruits séchés thermiquement (Tableau (22)). Les résultats actuels étaient conformes à d'autres études sur l'effet des traitements thermiques sur des échantillons de plantes qui a conduit à la perte de propriétés antioxydantes (Chan et al., 2009 ;Hung et Duy, 2012;Chan et al.,2012).La diminution de l'activité d'antioxydante après les traitements thermiques a été montrées par la dégradation des composés phytochimiques, des composés enzymatiques, des composés phénoliques et d'activité enzymatique et antioxydante (Ji et al., 2012). En outre, les cristaux de glace formés dans la matrice de l'échantillon peuvent rompre de la structure cellulaire, ce qui permet la sortie des composants cellulaires et l'accès du solvant et par conséquent le meilleur extraction de composés antioxydants (Asami et al., 2003). Dans l'ensemble, les auteurs ont conclu que la lyophilisation est la meilleure méthode parmi toutes les méthodes de séchage étudiées pour maintenir la qualité antioxydante à la fois hydrophile et lipophile fractions de fruits frais.

2.5.7.2. Test FRAP

L'activité FRAP plus élevée des fruits d'olivier de Bohème a été observée chez les fruits lyophilisés (1644,81 μ M Fe(II)/g ms), suivi de fruits obtenues par séchage par micro-onde à 600W (724,32 μ M Fe(II)/g ms)et 900 W(804,61 μ M Fe(II)/g ms), l'augmentation de l'activité du FRAP avec une de séchage jusqu'à 450 W(847,25 μ M Fe(II)/g ms).FRAP la moins observée dans les échantillons séchés par micro-onde à des puissances faibles en général pourrait être due à l'absence de toute chaleur.

Dans l'ensemble, on peut observer que l'activité du FRAP plus élevée dans les échantillons lyophilisés, car ces derniers sont riches en teneur en polyphénols et anthocyane monomère.

De plus, on peut présumer que l'effet de la variation dans la méthode de séchage par micro-onde à différentes puissances influe sur l'activité antioxydante de l'échantillon final en termes d'activité de piégeage de DPPH, qui avait une gamme de variation comparativement plus grande.

2.5.7.3. Test d'ORAC

Les propriétés antioxydantes d'olivier de Bohème séché ont été comparées en utilisant ORAC, FRAP et DPPH. L'ORAC dans l'olivier de Bohème frais était de 604,20 \pm 3,10 μ moLTE / g ms. Les méthodes sont présentées dans le tableau 22. La valeur ORAC moyenne la plus basse de (545,8 μ moL TE / g ms a été observée dans l'olivier de Bohème lyophilisé et la plus élevée dans micro-onde à 300Wd'échantillon.

La teneur la plus élevée observée dans les échantillons séchés par micro-onde à des puissances faibles en général pourrait être dû à l'absence de toute chaleur.

2.5.8. Effet de séchage sur les propriétés fonctionnelles de la pulpe du fruit d'azérole

2.4.8.1. Capacité de rétention d'eau (CRE) capacité de rétention d'huile (CRH)

Les propriétés fonctionnelles, en tant que la capacité de rétention d'eau et la capacité de rétention d'huile, des fruits frais, lyophilisés et séchés par micro-onde à différentes puissances ont été mesurés. Les résultats obtenus pour les fruits frais et séchés d'olivier de Bohême sont représentés sur le tableau 23. Comme on peut observer, les fruits d'olivier de Bohême frais possèdent une capacité de rétention d'eau et aussi d'huile plus élevés (respectivement $220,93 \pm 0,99\%$ et $186,16 \pm 1,10\%$). Cela peut expliquer ça par de la plus faible teneur initiale en humidité des pulpes d'oliviers de Bohême. D'ailleurs, nous savons que ces fruits riches en fibres alimentaires (Saadoudi, 2008). Cependant, après le séchage par micro-onde, Les capacité de rétentions d'eau et les capacités de rétention d'huile des fruits séchés sont devenus plus hauts.

On peut également remarquer que, par rapport à l'état frais, toutes ces propriétés de ces fruits ont augmenté après le séchage par micro-onde à différentes puissances contrairement aux fruits lyophilisés. Les différentes puissances de micro-ondes ont un effet hautement significatif sur la capacité de rétention d'eau et d'huile du fruit *d'Elaeagnus angustifolia* ($P < 0,05$).

Les valeurs de CRE et CRH les plus élevées ont été obtenues respectivement à 900 et 450W ($308,00 \pm 1,5\%$ et $243,33 \pm 1,40$) respectivement, l'eau pourrait être maintenue dans les structures capillaires de la fibre en raison de la tension de force superficielle, et l'eau pourrait interagir avec les composants moléculaires de fibre par liaison hydrogène ou forme dipôle.

Les résultats obtenus pour les échantillons frais et séchés sont présentés dans le tableau (23), les puissances plus élevées ont diminué le CRE de fruit d'olivier de Bohême qui pourrait être dû à des dommages de structure cellulaire ; qui a entraîné une modification des propriétés osmotiques de la cellule ainsi qu'une diffusion plus faible de l'eau à travers la surface pendant la réhydratation (Kaymak-Ertekin, 2002). La réhydratation est maximisé lorsque la perturbation structurelle au niveau cellulaire est minimisée (Crapiste, 2000).

La capacité de rétention d'huile des fruits frais était moins élevée que la capacité de rétention d'eau de fruit d'olivier de bohème frais (Tableau 23). Les fruits d'oliviers de Bohème pourraient contenir moins fibres hydrophobes. L'augmentation de la puissance de séchage par micro-onde n'a pas affecté la capacité de rétention d'huile de l'*Elaeagnus angustifolia* séché.

Selon Femenia et al. (1997), CRE dépend des propriétés de surface, la charge globale de densité, épaisseur et nature de particule de fibre hydrophobe. La capacité à lier des molécules organiques pourrait jouer un rôle important dans la capacité déclarée des fruits d'olivier de Bohème dans l'abaissement de taux de cholestérol, de cancérogènes et d'autres composés toxiques (Femenia et al., 2003). La fonctionnalité de fibre traitée thermiquement rend approprié pour l'addition à la nourriture enrichie par fibre comme modificateur de la viscosité et de la texture, et pourrait également causer une diminution des calories (Sanz et al., 2008).

2.5.8.2. Solubilité

La solubilité des fruits séchés à différentes puissances sont inférieurs à celle de l'état frais. Cette diminution a été expliquée par la dénaturation des protéines au cours de séchage. En plus le fruit riche en amidon insoluble dans l'eau.

Les résultats montrent dans le tableau 23 indiquent que la solubilité des produits séchés d'olivier de Bohème est baisse par rapport à l'été frais (89,1%).

La solubilité des produits séchés présente une valeur maximale (79,6%) à 450W et diminue progressivement avec la décroissance des puissances jusqu'à la valeur minimale à 100W (61,8%).

La solubilité du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* frais, lyophilisé et séché par micro-onde à différentes puissances est indiquée dans le tableau 23. Solubilité est l'une des propriétés physiques les plus importantes à considérer lors du traitement des aliments: plus le contenu solide est élevé, plus la solubilité devient élevée (Cano-Chauca et al., 2005).

Bien que la puissance devait influencer sur la solubilité, les puissances de séchage ont montré un effet significatif aux conditions appliquées dans cette étude ($P < 0,05$). La solubilité de fruit lyophilisé est plus élevée (88%) que la solubilité observée pour les fruits séchés par micro-onde à différentes puissances, ce qui pourrait être expliqué que ces fruits contenaient des solides solubles élevés qui ont une forte hygroscopicité (Kim et al., 2008). La solubilité des fruits d'olivier de bohème lyophilisés dans l'eau a été augmentée avec la diminution de la

particule. Comme la taille des particules est petite, la surface est grande et l'eau est facile à transférer. En conséquence, la solubilité des petites particules était plus élevée que celle des grandes des particules (Lee et al.,2007 ; Kim et al., 2008; Kim et Lee,2009).

2.5.8.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions

Le tableau 23 montre diverses propriétés fonctionnelles de la pulpe de fruit d'olivier de Bohème. La capacité de rétention d'eau(CRE) du fruit lyophilisé a été trouvée inférieure à celle de fruits séché par micro-onde à différentes puissances. La capacité rétention d'huile (CRH) du fruit séché à micro-onde à différentes puissances plus élevée que celle du fruit lyophilisé. La capacité d'absorption d'huile (CRH) du fruit d'olivier de Bohème est en général important car il améliore la sensation en bouche et conserve la saveur.

Les protéines sont des agents tensio-actifs peuvent former et stabiliser l'émulsion en créant une répulsion électrostatique sur la surface des gouttelettes d'huile (Kaushal et al., 2012).La capacité émulsifiante du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* frais était moins élevée aux fruits séchés par micro-onde et lyophilisés. La capacité émulsifiante est plus élevée au fruit séché par micro-onde à 300 W (62,5%) et à 450 W (52 ,38%) et la plus faible à 600W (33,33%) et fruit lyophilisé (42,54%) ont été observées. La stabilité de l'émulsion pour différents fruits d'olivier de Bohème séchés variait de 70 à 91,63% (Tableau 23). La plus haute stabilité émulsifiante a été observée pour le fruit lyophilisé (91,63%), suivie du fruit séché par micro-onde à 900 W (90,9 %), du fruit séché par micro-onde à 100 W (90,9%) et la plus faible pour le fruit séché par micro-onde à 600 W (70%). La stabilité de l'émulsion peut être grandement accrue lorsque des films hautement cohésifs sont formés par l'absorption de molécules protéiques globulaires rigides qui résistent mieux à la déformation mécanique (Graham et Phillips, 1980).

Tableau 23 : Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité, pH et solides solubles totaux du fruit d'olivier de Bohème

	Rétention d'eau %	Rétention d'huile %	Solubilité %	Capacité émulsifiante %	stabilité des émulsions %	Pouvoir moussant %	Viscosité (mPa.s)	pH	Solides solubles totaux [Brix°]
Fruit frais	220,93±0,99 ^d	186,16±1,1 ^g	89,1±1,02 ^a	43,47±0,67 ^d	83,33±0,48 ^c	-	4,45 ±0,06 ^a	5,23 ^a	42±4,98 ^a
Fruit lyophilisé	272,23±0,99 ^b	156,49±0,68 ^h	88,12 ±0,01 ^a	42,54±0,08 ^f	91,63±1,45 ^a	-	3,03±0,04 ^g	5,22 ^c	3,2±0,08 ^g
Fruit Séché par Micro-onde									
100W	83,33±0,61 ^h	193,33±0,78 ^f	61,8±0,67 ^e	47,61±0,25 ^c	90,9±0,64 ^a	-	3,30±0,05 ^b	5,22 ^c	10,8±0,3 ^b
180W	161,33±0,84 ^g	200±0,92 ^e	69,3±0,78 ^d	45,45±0,45 ^d	83,33±0,9 ^c	-	3,14±0,00 ^d	5,23 ^b	6,3±0,08 ^d
300W	199,33±0,79 ^f	210±1,09 ^d	75,69±0,57 ^{bcd}	62,5±0,32 ^a	76,92±1,06 ^d	-	3,11±0,03 ^e	5,23 ^b	5,5±0,02 ^e
450W	214±0,9 ^e	243,33±1,4 ^a	79,6±0,9 ^b	52,38±0,56 ^b	84,61±0,25 ^b	-	2,97±0,03 ^h	5,22 ^c	1,6±0,00 ^h
600W	263,33±1,2 ^c	222±0,88 ^c	76,7±0,5 ^{bc}	33,33±0,78 ^g	70±0,5 ^e	-	3,24±0,05 ^c	5,22 ^c	9,0±0,45 ^c
900W	308±1,5 ^a	231,33±0,98 ^b	73,8±0,9 ^{cd}	45,45±0,89 ^d	90,9±0,76 ^a	-	3,10±0,03 ^f	5,24 ^a	5,1±0,03 ^f

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5% (**méthode de Newman et Keuls**).

2.5.8.4. Pouvoir moussant

La capacité moussante du fruit frais, lyophilisé, séché par micro-onde a été déterminé nulle. La capacité moussante est supposée dépendante de la configuration des molécules de protéines. Les protéines flexibles ont une bonne capacité de moussage, mais les protéines globulaires ont une faible capacité moussante pour d'où ces résultats (Graham et Philips, 1976).

Les résultats rassemblés dans le tableau (23), montrent que le pouvoir moussant est nulle pour les fruits d'olivier de Bohème frais, lyophilisés et séchés par micro-onde à différentes puissances. Selon Lorient et al. (1988), la formation des mousses est basée sur la présence quantitative et en qualitative des protéines, de ce fait la faible teneur en protéines (2,48%) est insuffisantes pour former une mousse stable (Ozcan et al., 2005).

2.5.8.5. Viscosité

En général, le processus de séchage a entraîné une diminution de la viscosité d'olivier de Bohème (Tableau 23). L'olivier de Bohème lyophilisé présentait la viscosité la moins élevée parmi tous les fruits séchés.

Dans notre étude, la viscosité de l'olivier de Bohème séché par micro-onde à différentes puissance variait entre 3,30 mPa.s à 3,10 mPa.s. La viscosité diminuée de 3,24 à 3,10 mPa.s avec une augmentation de la puissance de 600 à 900W. La viscosité, qui est le paramètre désiré, est l'un des qualités qui caractérisent le comportement d'écoulement. C'est une mesure de la capacité du fluide à résister au mouvement lorsqu'une contrainte de cisaillement est appliquée. Toutes les données montrent que la viscosité diminue généralement avec les techniques de séchage soit par lyophilisation et ou par micro-ondes à différentes puissances.

Comparé la viscosité d'olivier de Bohème séché par différentes techniques. Les changements significatifs de la viscosité pourraient être en raison de l'impact important du processus de séchage sur la composition biochimique du fruit d'olivier de Bohème. Comme aussi expliqué par Simas-Tosin et al.(2010), la présence des oligosaccharides à des fonctions réductrices libres, des composés phénoliques et des sels inorganiques et les polysaccharide dans la structure du fruit olivier de Bohème.

L'effet des différentes méthodes de séchage sur la viscosité de polysaccharide du fruit d'olivier de Bohème pourrait être dû aux proportions différentes des matières solubles par rapport aux matières insolubles.

2.5.8.6. pH

En ce qui concerne la valeur du pH dans les échantillons d'oliviers de Bohème séchés par différentes méthodes de séchage, comme illustré dans le tableau (23), De point de vue générale, aucune influence de séchage par lyophilisation et par micro-onde à différentes puissances sur le pH de la pulpe de fruit d'olivier de Bohème. Le pH d'olivier de Bohème séché est comprise entre 5,22 et 5,24 et l'état frais a 5,23 à 100W et le pH de ce fruit séché par les autres puissances et varier dans l'intervalle de [0,01-0,02] et donc cette comparaison indique que la variation de pH d'olivier de Bohème après et avant le séchage deux techniques de séchage sont négligeable. La plus grande valeur du pH des fruits sèches en utilisant le micro-onde à 900 W est 5,24. D'un autre côté, les fruits lyophilisés avaient la plus faible valeur de pH, ce qui représentait la valeur le plus bas du pH (5,22). En général le pH du fruits d'olivier de Bohème est élevé ceci on peut expliquer par la présence des acides organique libre dans l'olivier de Bohème (Sahan et al., 2015) comme l'acide malique(0,67mg/100g), acide oxalique (0,08mg/100g), acide ascorbique(0,08mg/100g), acide acétique (0,52mg/100g), acide citrique(0,59mg/100g), acide tartrique(0,52mg/100g) acide formique(0,05mg/100g) .

2.5.8.7. Solides solubles totaux

Des changements significatifs dans TSS après séchage par micro-onde ont été obtenus en raison de variation du niveau de puissance. La diminution de teneur en eau dans les fruits est généralement accompagnée d'un pourcentage accru de TSS, puisque le TSS est la principale composante de la matière sèche (Malundo et al., 1995). Ainsi, la valeur de TSS est significativement ($P < 0.05$) a diminué après séchage (Tableau 23). Cette diminution était jusqu'à 21 fois inférieure par rapport aux fruits frais (42,4 Brix°). Bien qu'il y'a d'une différence significative dans la valeur TSS entre les deux niveaux de puissances de séchage, la valeur a diminué avec l'augmentation de la puissance (100 W-450 W), puis augmenté à 600 W(9 Brix°) puis a diminué à 900 W(5,1 Brix°).

La congélation reconstruit la plus grande méthode mesurée pour lyophilisés ces fruits, pendant la congélation du produit il y'a plusieurs changements physiques et chimiques se produisent, ce qui entraîne la perturbation des cellules et les constituants cellulaires qui expliquent probablement la teneur faible en totaux solides solubles d'olivier de Bohémelyophilisé (3,2 Brix°) (Venketeshwer, 1966)

Selon nos résultats ont a trouvés que la température et le temps de traitement n'avaient aucun effet sur le pH et Brix°.

2.5.8.8. Gélification

Le pouvoir de gélification (possibilité de former un gel) de l'échantillon est très important dans les préparations alimentaires. Le pouvoir de gélification pour le fruit d'olivier de Bohème frais allait de 13 -100%.

La capacité gélifiante d'Olivier de Bohème séché par micro-onde à différentes puissances est augmente progressivement avec l'augmentation des concentrations (2-20%) du fruit et avec l'augmentation des puissances (100- 900W) de micro-onde.

La meilleure capacité de gélification a été trouvée au fruit lyophilisé, il y a aucune différence significative entre fruit sec et frais. Les fruits lyophilisés seraient utiles dans les systèmes d'alimentation tels que puddings et collations qui nécessitent un épaississement et une gélification. La structure en gel de tels systèmes alimentaires fournit une matrice pour retenir l'humidité, la graisse et d'autres ingrédients ajoutés. Une telle variation dans les propriétés de gélification peuvent être attribuées aux rapports relatifs de différents constituants, protéines, glucides et les lipides qui composent ces fruits. Sathe et Salunkhe (1981) ont indiqué que la gélification n'est pas en fonction de la qualité des protéines, mais pourrait également être lié au type de protéine ainsi qu'aux composants protéiques.

Tableau 24: Effet de séchage par micro-onde à différentes puissances et lyophilisation sur le pouvoir gélifiant du fruit d'olivier de Bohème

	Concentration [C] %									
<i>E. angustifolia</i>	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Fruit frais	13,63±0.00 ^o	18,18±0.00 ⁿ	26,54±0.01 ^j	36,36±0.07 ⁱ	40,9±0.22 ^h	54,74±1.31 ^e	63,33±0.01 ^g	81,71±0.01 ^{bcd}	100±0.00 ^a	100±0.00 ^a
Fruit lyophilisé	13,63±0.00 ^o	18,18±0.21 ⁿ	25,54±0.01 ^j	36,36±0.00 ⁱ	40,9±2.05 ^h	54,74±1.01 ^e	63,33±0.01 ^g	81,71±0.01 ^{bcd}	100±0.00 ^a	100±0.00 ^a
Fruit Séché par Micro-onde										
100W	14,18±0.00 ^o	18,63±0.34 ⁿ	25±0.01 ^j	32,36±0.01 ^j	42,72±0.10 ^h	49,54±0.81 ^f	54,45±0.01 ^e	64,63±0.01 ^g	72,72±0.01 ^e	76,36±0.56 ^f
180W	20,27±0.00 ^l	24,54±0.39 ^j	33,63±0.01 ⁱ	39,45±0.05 ⁱ	44,54±0.01 ^h	50,63±0.22 ^f	56,54±0.03 ^e	65,63±0.11 ^g	72,72±0.01 ^e	88,9±0.82 ^{ab}
300W	25,72±0.00 ^m	29,09±0.30 ⁱ	36,36±0.00 ⁱ	42,72±0.00 ^h	48,18±0.04 ^g	52,72±0.19 ^e	58,36±0.01 ^e	66,81±0.01 ^g	71,81±0.00 ^e	92,54±0.41 ^{ab}
450W	28,18±0.00 ^k	30,72±0.98 ⁱ	39,81±0.00 ^h	46,36±0.00 ^g	50,9±0.00 ^f	54,45±0.01 ^e	61,54±0.01 ^h	72,09±0.31 ^e	81,81±0.00 ^{bcd}	100±0.00 ^a
600W	27,27±0.00 ^k	31,72±0.51 ⁱ	42,27±0.00 ^h	48,81±0.01 ^g	51,9±0.00 ^f	54,45±0.01 ^e	61,54±0.01 ^h	72,09±0.01 ^e	81,81±0.00 ^{bcd}	100±0.00 ^a
900W	28,81±0.00 ^k	33,18±0.03 ⁱ	45,63±0.00 ^g	50,36±0.01 ^f	52,9±0.00 ^f	56,45±0.00 ^e	63,54±0.00 ^g	79,43±0.01 ^{bcd}	100±0.00 ^a	100±0.00 ^a

a, b, c, d, e, f,... : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5% (**méthode de Newman et Keuls**).

2.5.8.9. Coût, énergie des séchages de deux fruits

Le séchage par micro-ondes à différentes puissances est ici présenté comme étant une méthode de séchage écologique rapide . La réduction du coût de séchage par micro-ondes est mise en évidence en termes d'énergie et de temps par rapport au séchage par lyophilisation. L'examen du tableau 25. Rappelle le temps nécessaire à la réalisation d'une séchage par la méthode de lyophilisation (68 h) alors environ 177,5 min pour sécher l'azérole à une faible puissance de 100 W et 40,16 min pour sécher l'olivier de Bohème par micro-onde . L'énergie requise pour réaliser les deux méthodes de séchage est respectivement : 52,32 kWh pour la méthode de lyophilisation et entre 0,027- 0,295 kWh pour la méthode de séchage par micro-onde à différentes puissances (énergie nécessaire au fonctionnement du four). Les calculs énergétiques ont été réalisés à, l'aide d'un Wattmètre placé sur les prises de courant électrique à l'entrée du four micro-ondes et lyophilisateur.

Tableau 25: Comparaison énergétique de deux méthodes de séchages pour les deux fruits étudiés

<i>Fruits</i>							
<i>Crataegus azarolus</i>				<i>Elaeagnus angustifolia</i>			
Séchage par micro-onde à différentes puissances			Lyophilisation (68H)	Séchage par micro-onde à différentes puissances			Lyophilisation (68H)
Puissance en (Watts)	Temps de séchage en (min)	Consommation électrique (kWh)	Consommation électrique (kWh)	Puissance en (Watts)	Temps de séchage en (min)	Consommation électrique (kWh)	Consommation électrique (kWh)
100W	177,50	0,295	52,32	100W	40,16	0,067	52,32
180W	80	0,239		180W	8,50	0,052	
300W	48	0,24		300W	5,80	0,027	
450W	28	0,207		450W	4,00	0,029	
600W	20	0,198		600W	3,00	0,03	
900W	12,50	0,18		900W	2,00	0,03	

2.6. Influence des techniques d'extraction (par un micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux) de deux fruits séchés par micro-onde et lyophilisateur sur les propriétés antioxydantes

2.6.1. Identifications et quantification des polyphénols par HPLC après extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux du fruit *Crataegus azarolus*

Les composés phénoliques dans les deux extraits (par micro-onde à 200 W et par chauffage à reflux) des fruits d'azéroles frais, lyophilisés et séchés par micro-onde à différentes puissances obtenus ont été analysés (Tableau 26). dix-sept principaux contenus ont été identifiés et quantifiés comprenant acide benzoïque, acide vanillique, acide gallique, acide caféique, acide chlorogénique, acide férulique, p-coumarique, isoquercétine, quercétine, rutine, hyperoside, épicatechine, catéchine, epigallocatechine, catéchingallate, acide ellagique et vanilline. Cependant, chaque système d'extraction présentait un profil phénolique différent, indiquant l'effet d'exaction par micro-onde à 200 W et le chauffage à reflux sur certains composés phénoliques. La rutine (39,24 mg/100g ms), p-coumarique (17,39 mg/100g ms) et isoquercétine (9,76 mg/100g ms) sont révélés être présents exclusivement dans l'extrait d'azérole lyophilisé et extrait par un chauffage à reflux. Hyperoside (28,04 mg/100g ms), acide ellagique (16,96 mg/100g ms), acide benzoïque (6,64 mg/100g ms) et acide sinapique (4,39 mg/100g ms) étaient également présentés en plus grandes quantités dans l'extrait d'azérole séché par micro-onde à 450 W et extrait par un chauffage à reflux. L'acide caféique (3,46 mg /100g ms) et epicatechinegallate (20,37 mg /100g ms) étaient présentés dans l'extrait d'azérole séché par micro-onde à 300 W et extrait par un micro-onde à 200W. Cette sélectivité peut être expliquée par l'influence de techniques de séchage et d'extraction sur ces composants phénoliques.

La forte capacité antioxydante du fruit de *Crataegus azarolus* pourrait être attribuée à l'effet synergique de ces composants phénoliques, ainsi que d'autres antioxydants présent dans le fruit. En outre, à l'exception de la capacité antioxydante, ces composés phénoliques ont également montré d'autres bioactivités, telles que les activités anticancéreuses, anti-inflammatoires et antibactériennes (Liu, 1995 ; Huang et al., 2011).

Tableau 26 : Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur les composés phénoliques du fruit de *Crataegus azarolus* (mg/100g ms)

	Extraction par micro-onde de <i>Crataegus azarolus</i> L.séché à différentes méthodes								Extraction par chauffage à reflux de <i>Crataegus azarolus</i> L.séché à différentes méthodes							
	CratFrMO	Crat100MO	Crat180MO	Crat300MO	Crat450MO	Crat600MO	Crat900MO	CratLyoMo	CratFrCR	Crat 100CR	Crat80CR	Crat300CR	Crat450CR	Crat600CR	Crat900CR	CratLyoCR
Acide phénoliques																
Acides hydrobenzoïques :																
Acide benzoïque	0,260±0,00 ^a	1,000±0,00 ⁱ	1,680±0,00 ^d	0,426±0,00 ^m	1,886±0,00 ^e	0,750±0,00 ^j	1,406±0,00 ^f	1,276±0,00 ^g	0,562±0,00 ^l	0,322±0,00 ⁿ	0,708±0,00 ^o	0,000±0,00 ^p	6,64±0,00 ^a	2,001±0,00 ^b	1,078±0,00 ^b	1,572±0,00 ^{ns}
4- Hydroxybenzoïque	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a
Acide vanillique	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	1,377±0,00 ^e	0,952±0,00 ^f	0,00±0,00 ^b	1,884±0,00 ^e	0,00±0,00 ^b	0,058±0,00 ^g	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	2,617±0,00 ^a	0,00±0,00 ^b	1,774±0,00 ^d	2,021±0,00 ^b
Acide gallique	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,095±0,00 ^e	0,163±0,00 ^e	0,116±0,00 ^f	0,201±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,131±0,00 ^e	0,139±0,00 ^d	0,131±0,00 ^e	0,00±0,00 ^b	0,370±0,00 ^a	0,204±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Acides hydroxycinnamiques :																
Acide caféique	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	3,461±0,00 ^a	0,489±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,596±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,802±0,00 ^d	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	1,385±0,00 ^c	1,859±0,00 ^b
Acide chlorogénique	0,00±0,00 ^b	0,395±0,00 ^e	1,329±0,00 ^f	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	1,643±0,00 ^e	0,00±0,00 ^b	1,900±0,00 ^d	3,308±0,00 ^d	0,00±0,00 ^b	2,509±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	1,972±0,00 ^c	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Acide férulique	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,075±0,00 ^f	0,878±0,00 ^b	0,780±0,00 ^b	0,981±0,00 ^b	0,855±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,084±0,00 ^e
Acide sinapique	0,00±0,00 ^a	0,813±0,00 ^m	1,146±0,00 ^b	0,844±0,00 ^k	1,418±0,00 ^e	1,157±0,00 ^e	1,040±0,00 ⁱ	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,859±0,00 ⁱ	1,646±0,00 ^b	1,428±0,00 ^d	4,396±0,00 ^a	1,635±0,00 ^c	1,232±0,00 ^f	0,840±0,00 ^j
p-coumarique	3,857±0,00 ^a	6,857±0,00 ^b	4,998±0,00 ^j	4,865±0,00 ^k	9,801±0,00 ^e	5,487±0,00 ⁱ	4,515±0,00 ^m	7,261±0,00 ^g	10,78±0,00 ^b	6,840±0,00 ^b	9,912±0,00 ^d	7,538±0,00 ^f	0,00±0,00 ^a	10,31±0,00 ^c	4,728±0,00 ⁱ	17,39±0,00 ^a
flavonoïdes :																
Isoquercétine	1,63±0,00 ^a	2,174±0,00 ^j	2,96±0,00 ⁱ	3,446±0,00 ^b	5,840±0,00 ^d	2,947±0,00 ^j	1,841±0,00 ^a	2,182±0,00 ^k	3,707±0,00 ^g	1,853±0,00 ^m	6,541±0,00 ^c	4,530±0,00 ^e	0,199±0,00 ^p	7,555±0,00 ^b	3,737±0,00 ^f	9,767±0,00 ^a
Favonols																
Rutine	14,914±0,00 ^b	9,097±0,00 ^a	12,06±0,00 ^k	12,068±0,00 ^j	22,61±0,00 ^d	11,52±0,00 ^m	8,422±0,00 ^a	15,66±0,00 ^g	20,18±0,00 ^f	11,76±0,00 ^l	27,19±0,00 ^c	21,18±0,00 ^c	6,726±0,00 ^p	29,81±0,00 ^b	14,09±0,00 ⁱ	39,24±0,00 ^a
Quercétine	0,009±0,00 ^k	0,047±0,00 ^j	0,301±0,00 ^d	0,00±0,00 ^m	0,147±0,00 ^e	0,143±0,00 ^b	0,330±0,00 ^e	0,00±0,00 ^m	0,004±0,00 ^l	0,122±0,00 ^h	0,185±0,00 ^f	0,341±0,00 ^b	0,00±0,00 ^m	0,448±0,00 ^a	0,250±0,00 ^e	0,00±0,00 ^m
Hyperoside	4,137±0,00 ^j	2,386±0,00 ^p	3,651±0,00 ^m	10,26±0,00 ^e	8,784±0,00 ^e	3,92±0,00 ^c	3,149±0,00 ^a	3,902±0,00 ^l	12,14±0,00 ^b	3,239±0,00 ^a	6,474±0,00 ^k	6,514±0,00 ^g	28,04±0,00 ^a	9,073±0,00 ^d	4,503±0,00 ⁱ	6,818±0,00 ^f
Antocyanines :																
Ideain chloride	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a
Flavan-3-ols :																
Gallocatechine	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a
Galloépicatéchine	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a
Catéchine	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	1,41±0,00 ^b	0,09±0,00 ^e	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	3,22±0,00 ^a	0,00±0,00 ^d
Epicatéchine	0,544±0,00 ^a	0,342±0,00 ^a	0,830±0,00 ^j	1,202±0,00 ^b	1,051±0,00 ^k	1,231±0,00 ^e	1,364±0,00 ^d	0,560±0,00 ^m	4,264±0,00 ^b	1,336±0,00 ^e	2,289±0,00 ^c	3,476±0,00 ^b	0,00±0,00 ^p	1,310±0,00 ^f	1,174±0,00 ⁱ	1,104±0,00 ⁱ
Epigallocatechine	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,0±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,715±0,00 ^e	0,410±0,00 ^e	0,287±0,00 ^f	0,573±0,00 ^d	0,960±0,00 ^a	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,740±0,00 ^b
Catéchinegallate	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	1,36±0,00 ^a	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
B2 procyanidine	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,856±0,00 ^d	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	1,325±0,00 ^b	0,00±0,00 ^e	1,021±0,00 ^c	0,00±0,00 ^e	1,889±0,00 ^a	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e
Epicatechinegallate	10,67±0,00 ^b	10,22±0,00 ^c	9,72±0,00 ^d	20,37±0,00 ^a	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e	0,00±0,00 ^e				
Stilbenoides :																
Resveratrol	0,01±0,00 ^a	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b
Tannins :																
Acide éllagique	0,045±0,00 ^j	0,317±0,00 ^b	0,442±0,00 ^e	1,10±0,00 ^b	0,766±0,00 ^d	0,454±0,00 ^f	0,262±0,00 ⁱ	0,00±0,00 ^k	0,00±0,00 ^k	0,00±0,00 ^k	0,00±0,00 ^k	0,00±0,00 ^k	1,946±0,00 ^a	1,026±0,00 ^c	0,542±0,00 ^e	0,00±0,00 ^k
Vaniline	0,211±0,00 ^b	0,029±0,00 ^j	0,043±0,00 ^{ij}	0,040±0,00 ^k	0,062±0,00 ^e	0,042±0,00 ⁱ	0,049±0,00 ^g	0,07±0,00 ^d	0,00±0,00 ^m	0,04±0,00 ^{hi}	0,056±0,00 ^f	0,043±0,00 ^{hij}	16,96±0,00 ^a	0,045±0,00 ^h	0,043±0,00 ^{ij}	0,097±0,00 ^e
Phloridzine	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,25±0,00 ^b	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,174±0,00 ^e	0,319±0,00 ^a	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d	0,00±0,00 ^d
Polyphénols totaux	36,287	33,677	39,255	59,622	56,686	31,041	24,858	33,601	58,418	27,569	60,224	46,996	69,413	65,554	37,96	81,532

a, b, c, d, e, f, g... : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

2.6.2. Effet d'extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux sur les propriétés antioxydantes du fruit de *Crataegus azarolus*

2.5.2.1. Polyphénols

La teneur en composés phénoliques totaux des fruits d'azéroles séchés et leur extraction se fait par deux techniques (chauffage à reflux et micro-onde à 200 W) sont présentés dans le tableau 27. La teneur totale en composés phénoliques variait significativement selon les méthodes d'extraction ($P < 0,05$). La teneur plus élevée en composés phénoliques totaux en était trouvé dans le fruit d'azérole frais et extrait par un chauffage à reflux (292,85 mg GAE/100 g.ms). Les résultats montrent que les l'extraits des fruits frais ont une teneur en polyphénols totaux plus élevée que l'extraits des fruits secs. La plus forte teneur en composés phénoliques totaux (285,50±54,61mg GAE/100 g.ms fruit séché par micro-onde à 600 W et l'extraction se fait par chauffage à reflux, 277,00±40,89mg GAE/100 g.ms fruit séché par micro-onde à 300 W et l'extraction se fait par chauffage à reflux et 274,87±20,39mg GAE/100 g.ms fruit lyophilisé et l'extraction se fait par chauffage à reflux, des valeurs non significatives ont été obtenues par l'extraction par un chauffage à reflux, tandis que la plus faible teneur en polyphénols totaux a été obtenue dans l'extrait d'azérole séché par micro-onde à 100 W et extrait par micro-onde à 200 W (167,50 mg GAE / 100 g) ($P < 0,05$). Au cours des études utilisant la méthode d'extraction par chauffage à reflux et par un micro-onde à 200 W, ont a trouvé la teneur moins élevée en composés phénoliques dans le fruits d'azéroles séchés et extrait par micro-onde à 200 W. La diminution des polyphénols totaux est liée avec les techniques des séchages précédentes et d'extraction.

2.6.2.2. Flavonoïdes

L'effet les deux techniques d'extractions sur les compositions flavonoïdes, le résultat est indiqué dans le tableau 27 ont a trouvé que la teneur en flavonoïde est supérieure dans les extraits des fruits frais à celle des extraits des fruits secs. La contribution de chaque paramètres d'extraction étaient en ordre, à savoir l'effet des techniques de séchage précédentes> la température> le temps d'extraction par convection > puissance micro-ondes> temps d'irradiation. La température d'extraction était signifiante ($p < 0,05$) sur les rendements de récupération plus élevés de flavonoïdes de *C. azarolus*. En outre, il a été observé que l'augmentation de la teneur en flavonoïdes étaient trouvées dans les extraits des fruits d'azéroles lyophilisés et

leurs extraction se fait par les deux techniques (EMO à 200 W et ECR) (Tableau 27).

L'extraction des flavonoïdes peut être augmentée à la suite de l'amélioration de la solubilité du composant, du taux de diffusion, de la viscosité du solvant et de la diminution de la tension superficielle (Ju et Howard, 2003).

2.6.2.3. Flavan-3-ols

L'influence des techniques de séchage et d'extractions ont un effet significatif sur l'extraction de la majorité des flavan-3-ols examinés (Tableau 27).

L'augmentation des puissances au cours de séchage par micro-onde (et la puissance faible d'extraction par micro-onde à 200 W) provoquent une augmentation de la concentration des flavan-3-ols à partir des fruits d'azérole séchés. Ces résultats peuvent s'expliquer par la position des flavan-3-ols dans les cellules de la pulpe d'azérole. Par conséquent, une extraction efficace de ces composés, pouvant perturber la paroi cellulaire. La perturbation des parois cellulaires est favorisée en milieu acide et à haute température. Dans le deuxième cas, la diminution des puissances de séchage par micro-onde a eu un effet négatif sur l'extraction de flavan-3-ols. Les valeurs les plus élevées ont été calculées pour des flavan-3-ols dans les extraits des fruits frais. Cela peut s'expliquer par leur faible contenu et nature chimique (Tableau 27). Pendant l'extraction, ces composés peuvent s'hydrolyser, s'isomériser ou former des produits d'hydrolyse des tannins.

2.6.2.4. Anthocyanes

Les résultats d'expériences ont montré que l'extraction par micro-onde à 200 W a une faible teneur en anthocyanes dans le fruit séché par micro-onde à 180 W ($0,20 \pm 0,14$ mg de cyanidine chloride/ 100 g ms).

Les résultats de nos travaux montrent en général, que le processus d'extraction de l'anthocyane à partir des azéroles extraits par micro-onde à 200 W est plus intéressant que la technique de chauffage à reflux. Ce résultat a été également vérifié pour les fruits séchés par micro-onde des puissances de 180 et 600 W.

2.6.2.5. Proanthocyanidines

Les proanthocyanidines, également connues sous le nom de tanins condensés, sont des oligomères de flavan-3-ol. Ce sont des polymères présents dans une grande variété d'aliments, y compris les baies, les vins rouges et les noix (Hammerstone et al., 2000).

Tableau 27 : Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanes, proanthocyanidines, acide ascorbique, β -Carotene et α -Tocopherol du fruit d'azérole

Extrait du fruit de <i>Crataegus azarolus</i> L (azérole)								
Méthodes d'extraction	Polyphénols (mg GAE /100g ms)	Flavonoïdes (mg EQ/L ms)	Flavan-3-ols (mg catechine/ g de ms)	Anthocyanes (mg de Cyanidine chloride/ 100 g ms)	Proanthocyanidines (mg catechine equivalents /100 g ms)	Acide ascorbique	β -Carotene	α -Tocopherol
Fruit extrait par Micro-onde								
CratFrMO	271,50±1,41 ^{abc}	151,19±14,66 ^a	7,28±6,79 ^{abcd}	0,65±0,21 ^{ab}	250,00±0,01 ^a	4,52±0,19 ^{bc}	3,59±0,29 ^a	1,21±0,31 ^b
Crat100MO	167,50±7,83 ^e	33,97±2,72 ^e	3,60±1,75 ^{de}	0,35±0,13 ^{ab}	31,66±0,03 ^c	0,36±1,26 ^d	0,89±0,05 ^g	0,97±0,09 ^b
Crat180MO	260,75±17,23 ^{abc}	51,40±4,88 ^{cdef}	3,51±1,63 ^{de}	0,20±0,14 ^b	29,16±0,01 ^c	3,5±1,65 ^{bcd}	2,25±0,13 ^{cd}	1,70±0,08 ^a
Crat300MO	260,50±35,35 ^{abc}	42,34±2,90 ^{def}	4,13±0,64 ^{cde}	0,86±0,66 ^{ab}	25,00±0,01 ^c	2,96±0,75 ^{bcd}	1,62±1,12 ^{ef}	1,28±0,07 ^b
Crat450MO	246,75±21,67 ^{abcd}	63,24±4,11 ^{cdef}	4,01±2,15 ^{cde}	0,15±0,11 ^{bd}	11,66±0,00 ^c	2,82±0,65 ^{bcd}	1,68±0,12 ^{def}	0,98±0,06 ^b
Crat600MO	243,75±45,49 ^{abcd}	73,72±15,61 ^{cd}	7,84±4,41 ^{abc}	0,30±0,06 ^b	69,16±0,02 ^{bc}	4,25±1,41 ^{bc}	1,87±0,25 ^{de}	1,27±0,05 ^b
Crat900MO	226,50±25,08 ^{bcd}	47,74±3,35 ^{def}	10,14±2,54 ^a	0,70±0,32 ^{ab}	58,33±0,00 ^{bc}	3,47±1,59 ^{bcd}	1,92±0,08 ^{de}	1,17±0,07 ^b
CratLyoMO	202,25±24,54 ^{de}	167,16±42,50 ^a	3,50±2,66 ^{de}	0,39±0,28 ^{ab}	155,41±0,00 ^{ab}	4,66±2,77 ^b	1,23±0,09 ^{fg}	0,93±0,04 ^b
Fruit extrait par chauffage reflux								
CratFrCR	292,85±16,49 ^a	188,83±18,51 ^a	9,15±2,77 ^{ab}	1,65±0,05 ^a	82,12±0,05 ^{bc}	8,49±0,27 ^a	3,58±0,59 ^a	1,31±0,02 ^b
Crat 100CR	197,25±14,34 ^{de}	35,03±7,23 ^e	4,60±1,40 ^{cde}	0,76±0,55 ^{ab}	45,75±0,15 ^c	1,24±0,23 ^{cd}	1,67±0,24 ^{def}	1,23±0,01 ^b
Crat80CR	270,50±37,83 ^{bcd}	56,85±1,34 ^{cdef}	6,66±2,49 ^{abcde}	0,38±0,32 ^{ab}	42,75±0,02 ^c	2,65±0,25 ^{bcd}	3,18±0,13 ^{ab}	1,13±0,02 ^b
Cra t300CR	277,00±40,89 ^{ab}	73,04±4,14 ^{cd}	2,39±1,52 ^e	0,33±0,27 ^{ab}	28,50±0,26 ^c	2,32±0,24 ^{bcd}	2,68±0,17 ^{bc}	1,09±0,13 ^b
Crat450CR	212,50±100,72 ^{cde}	59,46±3,43 ^{cdef}	3,33±1,49 ^{de}	1,11±1,12 ^{ab}	21,00±0,12 ^c	3,53±1,36 ^{bcd}	3,10±0,38 ^{ab}	1,01±0,04 ^b
Crat600CR	285,50±54,61 ^{ab}	88,35±10,30 ^{bc}	6,03±1,38 ^{bcde}	0,50±0,29 ^{ab}	46,50±7,12 ^c	2,48 ±0,49 ^{bcd}	2,90±0,13 ^b	1,12±0,09 ^b
Crat900CR	233,25±18,57 ^{abcd}	53,38±13,65 ^{cdef}	3,68±1,36 ^{de}	0,75±0,52 ^{ab}	27,00±2,70 ^c	2,63 ±0,45 ^{bcd}	3,18±0,12 ^{ab}	1,16±0,01 ^b
CartLyoCR	274,87±20,39 ^{ab}	109,20±10,72 ^b	3,86±1,79 ^{de}	0,56±0,32 ^a	18,75±0,59 ^c	3,31±0,55 ^{bcd}	1,23±0,31 ^{fg}	1,13±0,03 ^b

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

On a comparé la teneur en proanthocyanidines dans les techniques d'extractions par un micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux du fruit de *Crataegus azarolus* frais et séché. Comme on peut remarquer sur le tableau 27, la teneur en proanthocyanidines plus élevée dans l'extrait du fruit d'azérole frais et extraction par un micro-onde à 200 W était de $250,00 \pm 0,01$ mg CE / 100 g ms, ainsi les proanthocyanidines plus élevées dans l'extrait du fruit d'azérole lyophilisé et extraction par un micro-onde à 200 W était de $155,41 \pm 0,00$ mg CE / 100 g ms.

La teneur en proanthocyanidines obtenue par différentes méthodes d'extraction utilisant 87° d'éthanol. La température d'extraction par chauffage à reflux était de 100 °C, tandis que la puissance d'extraction utilisée par un micro-onde à 200 W, et les temps d'extraction utilisés pour d'extraction par un micro-onde était 200 W et d'extraction par un chauffage à reflux étaient de 10 min et 30 min, respectivement. Les teneurs en proanthocyanidines des extraits obtenus en utilisant des méthodes d'extraction par un micro-onde à 200 W étaient plus élevés que ceux obtenus en utilisant des méthodes ECR.

2.6.2.6. Acide ascorbique

Évaluer la teneur en acide ascorbique dans les extraits d'azéroles frais et séchés en utilisant deux techniques d'extraction par EMO et ECR ont trouvé que la teneur en acide ascorbique est plus élevée dans les extraits d'azéroles frais ((EMO(4,52 mg AA/100 mg ms) et ECR (8,49 mg AA/100 mg ms)) que celui d'extraits d'azéroles séchés et l'acide ascorbique est trouvé de teneur élevée dans l'extrait d'azérole lyophilisé par EMO (4,66 mg AA/100 mg ms) et dans l'extrait d'azérole lyophilisé et par EMO (4,25 mg AA/100 mg ms). Les résultats de la comparaison de par différentes méthodes d'extraction. Comme le montre le tableau 27, la méthode EMO extrait plus des AA par rapport à ECR. En raison du phénomène d'éclatement cellulaire créé par les micro-ondes pendant le chauffage. L'éclatement de la cellule est plus favorable à l'entrée du solvant d'extraction pour solubiliser les composés cibles.

Dans le travail, l'éthanol en tant que solvant d'extraction polaire, peut absorber efficacement le micro-onde l'énergie, conduit à un chauffage efficace, et éventuellement brisait les parois cellulaires (Wang et al., 2008 ; Spigno Faveri,2009). En conséquent, l'AA avec les cellules végétales est extrait dans le solvant. On remarque, qu'il y n'a pas de différence statistiquement significative entre les extraits d'azéroles séchées et ECR. La méthode d'extraction basée sur EMO est une méthode rapide et efficace par rapport à ECR. D'autre part, l'extraction de AA par EMO était

plus élevé que celui ECR dans leurs conditions optimales choisies. La puissance de micro-onde et le temps d'irradiation. Cela peut être dû au fait que les températures élevées dans les rendements d'extraction améliorés, depuis la désorption des substances des sites actifs dans la matrice augmenteraient. De plus, les solvants ont une plus grande capacité à se solubiliser à des températures plus élevées, tandis que la tension superficielle et la viscosité du solvant diminue avec la température, ce qui améliore le mouillage des échantillons et la pénétration de la matrice (Eskilsson et Bjorklund, 2000).

2.6.2.7.β-Carotène

La teneur en β-carotène a diminué après l'extraction du fruit d'azérole à la fois par micro-onde à 200 W (Tableau 27) et une augmentation de β-carotène dans l'extraction à chauffage à reflux du fruit. Cependant, des pertes de β-carotène sont particulièrement élevées après l'étape finale lors du traitement par micro-onde. La diminution de β-carotène à la suite d'extraction thermique conventionnelle a montré une différence significative ($P < 0,05$).

On a également trouvé une forte dégradation de β-carotène dans les extraits des fruits d'azéroles lyophilisés et l'extraction se fait par deux techniques d'extractions (EMO et ECR), avec une diminution presque identique de β-carotène de 65,75% et 65,64%, respectivement. Des résultats ont été trouvés dans notre étude, où le β-carotène était plus stable dans le fruit d'azérole séché par micro-onde à 600 W et 900 W et ECR (2,90 mg / 100 g ms et 3,18 mg / 100 g ms).

2.6.2.8.α-Tocophérol

La quantité totale de vitamine E a été exprimée par un seul composant analysé : α-tocophérol dans tous les extraits d'azéroles frais et séchés. α-tocophérol dans tous les extraits variaient entre 1,70 et 0,93 mg / 100 g ms, mais en général la teneur en α-tocophérol n'a aucune différence significative. L'éthanol était utilisé comme solvant, pour l'extraction par micro-onde à 200 W de fruit d'azérole séché par micro-onde à 180 W, le total α-tocophérol a été élevé avec la valeur de 1,70 mg / 100 mg ms.

2.6.3. Effet d'extraction sur l'activité antioxydante des extraits de fruit d'azérole

2.6.3.1. Test de DPPH

DPPH est un radical organique synthétique fréquemment utilisé pour évaluer les propriétés antiradicalaires des composés bioactifs et des extraits alimentaires. Il est plus stable que les radicaux naturels communes et non affecté par certaines

réactions secondaires, telles que la chélation des ions métalliques et les enzymes inhibitions. Le test est basé sur la mesure de la capacité réductrice des antioxydants par le DPPH.

Tableau 28 : Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur l'activité antioxydante d'azérole utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC

Fruit <i>Crataegus azarolus L</i> (azérole)			
Méthodes d'extractions	DPPH ($\mu\text{g TE / g ms}$)	FRAP ($\mu\text{M Fe(II)/g ms}$)	ORAC ($\mu\text{M TE/g ms}$)
Fruit extrait par Micro-onde			
CratFrMO	532,14 \pm 0,56 ^a	503,36 \pm 12,69 ^g	5799,76 \pm 3,51 ^e
Crat100MO	344,21 \pm 0,65 ^{ef}	570,84 \pm 9,99 ^{ef}	5594,94 \pm 8,67 ^m
Crat180MO	457,78 \pm 0,00 ^{abcd}	663,99 \pm 12,78 ^d	5731,40 \pm 6,12 ^g
Crat300MO	383,42 \pm 0,36 ^{cd}	788,74 \pm 25,48 ^b	5721,65 \pm 9,09 ^h
Crat450MO	375,31 \pm 0,71 ^{def}	641,61 \pm 15,23 ^d	5497,47 \pm 8,14 ^o
Crat600MO	515,91 \pm 0,00 ^{ab}	902,45 \pm 31,11 ^a	5702,16 \pm 5,09 ⁱ
Crat900MO	492,93 \pm 0,12 ^{abc}	622,10 \pm 17,93 ^{de}	5682,67 \pm 1,00 ^j
CratLyoMO	421,27 \pm 0,52 ^{cd}	942,89 \pm 5,96 ^a	5633,93 \pm 6,93 ^l
Fruit extrait par chauffage reflux			
CratFrCR	451,02 \pm 2,56 ^{abd}	768,32 \pm 16,26 ^b	5438,99 \pm 9,86 ^p
Crat 100CR	233,35 \pm 1,08 ^h	906,38 \pm 54,15 ^a	5770,39 \pm 4,45 ^f
Crat180CR	441,55 \pm 3,99 ^{bcd}	661,57 \pm 12,67 ^d	5507,22 \pm 5,96 ⁿ
Crat300CR	273,91 \pm 0,11 ^{gh}	558,7 \pm 7,73 ^f	5672,92 \pm 4,09 ^k
Crat450CR	290,13 \pm 0,00 ^{gh}	611,52 \pm 22,51 ^{def}	5955,58 \pm 7,47 ^a
Crat600CR	521,32 \pm 0,95 ^{ab}	724,32 \pm 35,55 ^c	5838,62 \pm 3,09 ^d
Crat900CR	442,91 \pm 0,47 ^{bcd}	610,16 \pm 15,87 ^{def}	5926,34 \pm 6,16 ^b
CartLyoCR	463,86 \pm 4,51 ^{abc}	921,35 \pm 5,98 ^a	5906,85 \pm 2,33 ^c

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(**méthode de Newman et Keuls**).

L'activité de piégeage des radicaux DPPH des extraits d'azéroles frais et séchés sont présenté au tableau 28. Activité de piégeage des radicaux DPPH de la liaison soluble et insoluble les extraits d'azérole frais et séchés allaient de 532,14 \pm 0,56 à 451,02 \pm 2,56 et 515,91 \pm 0 à 223,35 \pm 1,08 $\mu\text{g TE}$ par g.ms, respectivement. Le radical DPPH l'activité de piégeage des extraits d'azérole séchés de manière significative ($p < 0,05$) augmente avec les fruits d'azéroles extraits par chauffage à reflux .Les fruits extraits par deux techniques d'extraction et séchés par micro-ondes à 600W ont montré une grande activité et identique de piégeage des radicaux DPPH, il n'y avait pas de différence significative ($p < 0,05$). Cela pourrait

être en raison des différences de la teneur en composés phénoliques, du traitement et des conditions utilisées.

2.6.3.2. Test FRAP

Les valeurs FRAP de fruit de *Crataegus azarolus* extrait à partir de micro-onde à 200 W étaient plus élevées par rapport aux fruits extraits par un chauffage à reflux.

Dans les fruits lyophilisés et leurs extractions ont été fait par les deux techniques (EMO et ECR) on a observé une augmentation des valeurs FRAP et pareil dans les extrait d'azérole séché par micro-onde à 100 W et leur extraction se fait par un chauffage à reflux ($906,38 \pm 54,15 \mu\text{M Fe(II)/g ms}$) est pareil pour les échantillons séchés par un micro-onde à 600 W et leur extraction se fait par un micro-onde à basse puissance (200W) ($902,45 \pm 31,11 \mu\text{M Fe(II)/g ms}$). On contraire, dans l'azérole frais extrait par un micro-onde à 200 W ($503,36 \pm 12,69 \mu\text{M Fe(II)/g ms}$), des fortes diminutions des valeurs FRAP ont été observées.

Toutes les méthodes d'extraction et séchage réalisée dans cette étude a amélioré le niveau FRAP du fruit d'azérole séché (Tableau 28) par rapport à l'extrait du fruit d'azérole frais, l'ébullition a amélioré le niveau FRAP de tous les fruits testés dans cette étude. Les données montrent que les extraits d'azéroles frais les plus bas niveaux de FRAP comparé aux extraits des azéroles lyophilisés et séchés. Le niveau FRAP croissant pour les azéroles séchés par un micro-onde à basse puissance ($p < 0,05$). L'extraction par micro-onde et leur ébullition se faite pendant une courte période de temps avait un impact négligeable effet sur l'activité antioxydante totale chez azérole.

En général, selon Yamaguchi et al (2001), rapporté que l'activité de piégeage des radicaux des fruits après traitement thermique provoque l'inactivation des enzymes par oxydation, ensuite la destruction des parois cellulaires et la libération des antioxydants puissants dont sont responsables de l'activité de piégeage radicalaire.

2.5.3.3. Test ORAC

La présente étude a montré que la capacité d'absorption des radicaux libres de l'oxygène des extraits d'azéroles frais ou séchés ont été présentés dans le tableau 28.

L'ORAC des extraits d'azérole séché par micro-onde à différentes puissances et lyophilisés ont montré une augmentation significative ($p < 0,05$) par rapport aux fruits d'azéroles frais.

La capacité d'absorption des radicaux libres de l'oxygène dans l'azérole est plus élevée dans l'extraction par chauffage à reflux. Les valeurs ORAC d'azéroles séchés par micro-onde à deux puissances qui sont 450 et 900 W et extrait par un chauffage à reflux étaient de 5955,58 et 5926,34 μ moles de TE ms / g d'échantillon en ms. Cependant, dans le fruit lyophilisé et extrait aussi par un chauffage à reflux a une valeur plus élevée (5906,85 μ moles de TE / g d'échantillon en ms).

2.6.4. Effet d'extraction sur les propriétés fonctionnelles des extraits du fruit d'azérole

2.6.4.1. Capacité d'absorption d'eau (CRE) et capacité d'absorption d'huile (CRH)

La CRE et CRH des extraits des azéroles sont représentés dans le tableau 29. En général les azéroles séchés par micro-onde à 180W et extrait par micro-onde à 200 W a montré la plus grande capacité à absorber l'eau et l'huile avec CRE de 234,35 % et CRH de 96,91% ($P < 0,05$), respectivement, suivi les azéroles frais extrait par micro-onde à 200 W (231,22% et 93,74%). La CRE et CRH sont les plus bas au niveau d'azéroles frais et extrait par chauffage à reflux de (154,20 % et CRH de 62,2% ($P < 0,05$), respectivement. Cela peut être dû à leur petites molécules qui ne pouvaient pas retenir l'eau et huile (Guan et al., 2007).

Les propriétés d'hydratation vont influencées sur la solubilité et la capacité de rétention d'eau (CRE) et huile (CRH) (Knudsen, 2009). CRE représente le pourcentage de fraction hydrophile, qui a une plus grande affinité pour absorber l'eau (Grigelmo-Miguel et Martin-Belloso, 1999).

2.6.4.2. Solubilité

Les valeurs de la solubilité des extraits d'azéroles frais, lyophilisés, séchés par micro-onde, sont indiquées dans le tableau 29. La solubilité des extraits d'azéroles séchés et extrait par micro-onde à 200 W étaient supérieures à celle des extraits d'azéroles séchés et extrait par un chauffage à reflux. Une baisse de solubilité aux niveaux de deux extraits d'azéroles lyophilisés. La solubilité des poudres d'azéroles séchées par micro-onde à différentes puissance était plus élevée que celui des poudres d'azéroles frais. La solubilité dans l'eau dépend de la présence de groupes hydroxyles, de la nature du monosaccharide, les liaisons inter sucre (α ou β) et la capacité d'association par interactions intermoléculaires (Ghorbani Gorji, 2011). La taille des particules est un facteur critique affectant la solubilité (Laaman, 2011). Les particules plus grosses prennent plus de temps à se dissoudre en raison de temps long requis pour la pénétration de l'eau dans la matrice de l'échantillon. Inversement, la présence

de petite particule conduit à un temps plus court pour la pénétration de l'eau dans la matrice de l'échantillon, induisant ainsi meilleure solubilité (Laaman, 2011).

2.5.4.3. Capacité émulsifiante (CE) et stabilité émulsifiante(SE)

La capacité émulsifiante (CE) et stabilité émulsifiante (SE) des azéroles séchées et extrait par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux des azéroles séchées sont montrées dans le tableau 29, la CE et ES des extraits d'azéroles séchés et extraits par micro-onde 200 W étaient significativement plus élevées ($p < 0,05$) par rapport aux fruits sec et extraits par un chauffage à reflux.

La stabilité émulsifiante (ES) est similaire à CE sauf dans l'extrait du fruit séché par micro-onde à 300 W et extrait par micro-onde à 200 W cette analyse on a trouvé la capacité de stabilité des émulsions est moins élevée par rapport aux autres extraits.

2.6.4.4. Propriété moussante

Le pouvoir moussant du fruit d'azérole extrait par micro-onde à 200 W et par chauffage à reflux est nul. Ce résultat montre que le fruit *Crataegus azarolus* ne présente pas de propriété moussante.

2.6.4.5. Viscosité

Comparaisons des propriétés de viscosité des extraits (par micro-onde à 200 W et chauffage à reflux) sont présentées dans le tableau 29. La viscosité des extraits des fruits séchés (extrait par micro-onde à 200 W et chauffage à reflux) a augmenté de manière significative avec les puissances de séchages précédentes, mais n'a pas été affectée par le temps d'extraction. La viscosité la plus élevée est obtenue dans le fruit d'azérole frais et dans le fruit séché par micro-onde à 600 W et extrait par micro-onde à 200W (4,25 Pa.s et 3,44 Pa.s) respectivement, tandis que la plus bas était obtenue dans le fruit d'azérole séché par micro-onde à 900 W et extrait par un chauffage à reflux (3,04Pa.s).

2.6.4.6. pH

L'acide malique est l'acide principal présent dans l'azérole (Bahri-Sahloul et al., 2009) et le pH est une mesure importante de l'acidité active qui influence sur la saveur d'un produit. Les valeurs expérimentales moyennes de pH du fruit d'azérole séché est extrait par EMO et ECR a varié entre 4.64 et 5,15 ($P < 0,05$) comme indiqué dans le tableau 29. On a observé une augmentation du pH d'azérole sec quelque soit de type d'extraction (pH de 3 à 5).

Tableau 29 :Effet des méthodes d'extraction (EMO et ECR) sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité ,pH et Solides solubles totaux du fuit d'azérole

	Rétention d'eau%	Rétention d'huile %	Solubilité	Capacité émulsifiante%	stabilité des émulsions%	Pouvoir moussant%	Viscosité (mPa.s)	pH	Solides solubles totaux [Brix°]
Fruit extrait par Micro-onde									
CratFrMO	205,00±0,81 ^c	84,33±0,91 ^d	80,90±0,20 ^e	52,64±1,24 ^l	81,64±1,48 ^g	-	4,25±0,01 ^a	4,86 ^j	9,2±0,03 ^c
Crat100MO	214,15±1,35 ^c	90,21±2,96 ^c	81,03±0,10 ^d	55,15±0,31 ^j	83,73±0,29 ^v	-	2,95±0,00 ^j	4,99 ^d	1,1±0,00 ^o
Crat180MO	234,35±0,91 ^a	96,91±0,70 ^a	89,00±0,00 ^a	67,31±0,13 ^b	85,20±0,94 ^b	-	3,11±0,00 ^{efgh}	5,15 ^a	5,6±0,00 ^h
Crat300MO	231,22±0,45 ^b	93,74±0,95 ^b	86,12±0,32 ^b	50±0,00 ^o	90,00±0,33 ^a	-	3,00±0,02 ^b	5,13 ^b	2,6±0,01 ⁿ
Crat450MO	206,85±0,74 ^d	82,23±2,08 ^f	78,02±1,31 ⁱ	75,85±0,01 ^a	81,85±2,52 ^f	-	3,06±0,00 ^g	4,90 ⁱ	3,5±0,00 ^l
Crat600MO	199,03±0,62 ^j	79,13±0,17 ⁱ	68,74±1,36 ⁿ	66,34±0,12 ^c	76,90±0,55 ^m	-	3,44±0,01 ^b	4,77 ^m	14,5±0,00 ^a
Crat900MO	201,05±0,01 ^g	80,13±1,85 ^h	80,58±0,01 ^f	64,56±0,09 ^e	79,60±1,49 ^k	-	3,16±0,01 ^d	4,98 ^e	6,8±0,00 ^e
CratLyoMO	204,30±1,95 ^f	82,83±1,06 ^e	65,39±0,85 ^o	50,21±0,02 ⁿ	77,41±0,85 ^l	-	3,33±0,01 ^c	4,85 ^k	11,6±0,06 ^b
Fruit extrait par chauffage à reflux									
CratFrCR	154,20±0,96 ^p	62,2±1,48 ^p	63,99±0,20 ^p	42,54±0,01 ^p	63,14±0,98 ^p	-	3,11±0,00 ^{efg}	4,11 ^o	5,5±0,00 ⁱ
Crat 100CR	199,85±0,02 ⁱ	79,01±0,06 ^j	78,03±0,13 ^h	53,75±0,81 ^k	80,00±0,02 ^j	-	3,05±0,00 ^{defg}	4,94 ^g	3,2±0,00 ^m
Crat180CR	200,90±0,35 ^h	81,11±0,74 ^g	83,00±1,90 ^c	64,91±0,83 ^d	82,25±0,04 ^e	-	3,14±0,00 ^{de}	5,00 ^c	6,3±0,00 ^g
Crat300CR	166,82±0,07 ^o	63,14±0,05 ^o	75,2±0,32 ^k	62,33±0,97 ^f	71,63±0,09 ⁿ	-	3,07±0,00 ^{efgh}	4,86 ^j	4,4±0,00 ^j
Crat450CR	176,55±0,29 ⁿ	77,23±0,00 ^l	70,12±1,01 ^m	60,85±0,91 ^g	67,85±0,80 ^o	-	3,15±0,00 ^d	4,64 ⁿ	6,7±0,00 ^f
Crat600CR	186,03±0,44 ^m	78,16±0,12 ^e	72,94±1,46 ^l	50,34±0,82 ^m	80,47±0,85 ⁱ	-	3,07±0,00 ^{fghi}	4,83 ^l	4,4±0,00 ^j
Crat900CR	195,03±2,61 ^k	77,10±1,85 ^m	79,56±2,00 ^g	56,76±0,49 ^h	82,93±0,49 ^d	-	3,04±0,00 ^h	4,96 ^f	3,6±0,00 ^k
CratLyoCR	192,39±1,55 ^l	73,87±0,76 ⁿ	77,03±0,15 ^j	55,29±0,72 ⁱ	80,75±0,95 ^h	-	3,19±0,00 ^{def}	4,93 ^h	7,8±0,00 ^d

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

2.6.4.7. Solides solubles totaux

Le tableau 29 présente les changements dans les solides solubles totaux (TSS) au cours de l'extraction des fruits d'azéroles selon les deux types d'extraction. On peut noter que le TSS est plus élevé de 11,6 ° et 14,5 ° Brix après l'extraction par micro-ondes à 200 W d'azérole lyophilisé et séché par micro-onde à 600 W après 10 min d'extraction. D'autre part, le fruit d'azérolele TSS est élevé de 7,8 ° et 6,7° Brix après d'extraction par un chauffage à reflux d'azérole lyophilisé et séché par micro-onde à 450 W après 30 min d'extraction. Les restes des résultats indiquent lorsqu'en augmentant le temps ou en augmentant la température d'extraction (le cas du chauffage à reflux) peut provoquer une libération supplémentaire des solides solubles des parois cellulaires.

2.5.6.8. Propriétés de gélification

Les résultats indiquent que les faibles capacités de gélification ont été trouvés dans les extraits d'azéroles séchés par un micro-onde à 900W et 600W et leurs extraction se fait par un chauffage à reflux concentration à 20% (57,96%) et 20%(62,68%) respectivement, la variation de ces valeurs obtenues pourrait être liée au rapport relatif de séchage (des hautes puissances) effectué précédemment , le type d'extraction (chauffage à reflux et les différents constituants-protéine, les hydrates de carbone et les lipides comme suggéré par Aremu et al (2007), que l'interaction entre de tels composants peut affecter les propriétés fonctionnelles.

On a trouvé que la concentration est plus élevée dans les extraits d'azéroles frais par rapport aux extraits d'azéroles secs. La concentration plus élevée, la capacité de gélification est meilleure est dépend d'ingrédient protéique (Akintayo et al., 1999) aussi les prétraitements (séchage) et des types d'extraction effectués.

On a également trouvé que le type de séchage et d'extraction amélioré la composition de protéines et glucides des extraits de fruits de *C.azarolus*, ainsi la capacité gélifiante. L'augmentation la capacité gélifiante trouvée dans les extraits d'azéroles séchés par micro-onde à des faibles puissances et lyophilisés et leurs extractions se fait par micro-onde à 200W

Tableau 30 : Effet d'extraction (EMO et ECR) sur le pouvoir gélifiant du fuit d'azérole

<i>C. azarolus</i>	Concentration[C]%									
	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
CratFrMO	16,92±0.05 ^{dr}	25,81±0.00 ^{da}	3500±0.01 ^{cn}	43,38±0.01 ^{by}	53,57±0.10 ^{bc}	62,55±0.41 ^{ae}	72,87±0.01 ^o	83,89±0.01 ^g	93,81±2.78 ^d	100,00±0.00 ^a
Crat100MO	11,52±0.00 ^{ea}	17,78±0.39 ^{dp}	26,32±0.01 ^{cz}	32,15±0.07 ^{cr}	40,12±0.01 ^{ce}	62,38±0.22 ^{af}	54,31±0.03 ^{bb}	62,18±0.11 ^{ef}	70,20±0.01 ^s	100,00±0.00 ^a
Crat180MO	10,31±0.02 ^{eb}	15,60±0.00 ^{dt}	23,59±0.15 ^{dg}	20,27±0.01 ^{dm}	37,50±0.10 ^{cl}	50,01±0.81 ^{bk}	55,50±0.01 ^{ax}	55,93±0.01 ^{av}	60,86±0.01 ^{aj}	100,00±0.00 ^a
Crat300MO	05,73±0.00 ^{eh}	10,43±0.23 ^{eb}	16,26±0.01 ^{ds}	23,68±0.05 ^{dg}	25,31±0.01 ^{dc}	41,60±0.32 ^{cb}	43,76±0.03 ^{bw}	46,62±0.11 ^{bq}	48,19±0.01 ^{bn}	65,31±0.72 ^x
Crat450MO	07,13±0.01 ^{eg}	13,18±0.85 ^{dw}	18,00±0.01 ^{dp}	31,94±0.01 ^{cs}	30,05±0.10 ^{ew}	44,48±0.02 ^{bv}	46,19±0.01 ^{br}	48,07±0.01 ^{bp}	52,72±0.03 ^{bd}	70,31±0.29 ^f
Crat600MO	11,49±0.00 ^{ea}	17,89±0.34 ^{dp}	24,90±0.01 ^{de}	25,30±0.00 ^{dc}	38,00±0.19 ^{ck}	60,01±0.01 ^{am}	63,84±0.01 ^{aa}	68,16±0.01 ^w	70,05±0.58 ^t	72,29±0.56 ^f
Crat900MO	09,00±0.00 ^{ee}	12,58±0.19 ^{dy}	19,86±0.04 ^{dn}	40,15±0.05 ^{ce}	28,23±0.01 ^{cx}	41,15±0.02 ^f	42,12±0.03 ^{ca}	55,08±0.51 ^{az}	74,13±0.01 ^m	92,00±0.13 ^e
CratLyoMO	13,05±0.02 ^{dx}	21,45±0.04 ^{dk}	40,90±0.32 ^{cd}	30,26±0.01 ^{ct}	56,28±0.10 ^{as}	60,12±0.01 ^{al}	69,00±0.01 ^v	78,40±0.01 ^j	88,32±0.01 ^f	97,38±0.00 ^c
CratFrCR	09,37±0.00 ^{de}	23,51±0.28 ^{dg}	33,51±0.81 ^{co}	27,48±0.00 ^{cy}	48,15±0.10 ^{bo}	61,00±0.01 ^{ai}	52,30±0.01 ^{bf}	64,13±0.21 ^z	72,44±0.01 ^q	98,10±0.56 ^b
Crat 100CR	09,57±0.00 ^{ec}	15,00±0.04 ^{dv}	25,00±0.01 ^{dd}	39,00±0.00 ^{ch}	39,08±2.10 ^{ch}	40,81±1.01 ^{cd}	51,41±0.01 ^{bh}	60,40±0.01 ^{ak}	62,60±0.01 ^{ad}	75,00±0.68 ^l
Crat80CR	10,43±0.04 ^{eb}	13,06±0.97 ^{dx}	22,09±1.31 ^{di}	39,45±0.05 ^{cg}	32,73±0.01 ^{cp}	55,21±0.61 ^{ay}	56,18±0.03 ^{at}	62,00±0.01 ^{ag}	63,09±0.01 ^{ab}	78,19±0.82 ^k
Crat300CR	09,05±0.00 ^{ee}	09,13±0.34 ^{ee}	15,39±0.00 ^{dv}	21,77±0.01 ^{dj}	25,61±0.10 ^{db}	43,65±0.01 ^{by}	48,65±0.01 ^{bm}	52,71±0.00 ^{bd}	57,25±0.01 ^{aq}	79,48±1.56 ⁱ
Crat450CR	10,42±0.10 ^{eb}	12,93±0.00 ^{dx}	17,19±0.00 ^{dq}	24,31±0.00 ^{df}	35,41±0.01 ^{cm}	54,60±0.22 ^{ba}	52,14±0.03 ^{bg}	55,83±0.01 ^{aw}	58,29±0.03 ^{ao}	80,30±0.82 ^h
Crat600CR	09,05±0.00 ^{ee}	19,40±0.04 ^{do}	23,04±0.01 ^{dh}	32,35±0.22 ^{cq}	38,66±0.10 ^{ci}	42,18±0.31 ^{ca}	44,69±0.01 ^{bt}	49,11±0.11 ^{bl}	59,58±0.00 ^{an}	62,68±0.26 ^{ac}
Crat900CR	07,42±0.00 ^{ef}	20,27±0.43 ^{dm}	20,94±0.02 ^{dl}	25,08±2.08 ^{dd}	39,95±0.10 ^{cf}	42,92±0.50 ^{bz}	45,97±0.01 ^{bs}	50,50±0.01 ^{bj}	52,50±0.14 ^{be}	57,96±0.64 ^{aq}
CartLyoCR	12,08±0.00 ^{dz}	19,48±0.07 ^{do}	39,68±0.41 ^{cg}	40,12±2.01 ^{bw}	49,12±0.10 ^{bl}	50,81±0.81 ^{bi}	56,53±0.01 ^{ar}	64,63±0.01 ^y	72,48±0.01 ^p	73,31±1.09 ⁿ

a, b, c, d, e, f, g ...z: Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

2.6.5. Identifications et quantification des composés phénoliques par HPLC après extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux du fruit d'*Elaeagnus angustifolia*

Les composés phénoliques des deux extraits du fruit d'oliviers de Bohême soit frais ou séchés par différentes techniques de séchage ont été analysés par HPLC-DAD dans cette étude. Le tableau 31 montre que le contenu des composés phénoliques majeurs détectés par HPLC-DAD. Un total de seize composés phénoliques étaient identifiés à partir de deux extraits d'olivier de Bohèmes, y compris les principaux : les acides phénoliques (acide benzoïque, acide vanillique, acide gallique, acide caféique, acide férulique, acide sinapique et p-coumarique en faible quantité, quatre flava-3ols (catéchine, épicatechine, procyanidine B2 et épicatechinegallate), et trois flavonols (rutine, quercétine et hyperoside) et flavonoïdes (isoquercétine).

La vanilline, a été trouvée dans les deux extraits du fruit d'olivier de Bohême. On peut observer que l'acide gallique, acide sinapique, acide férulique, et la (+) – épicatechine étaient les principaux composés phénoliques détectée dans les extraits des fruits frais et extrait par chauffage à reflux (13,01 ; 9,71 ; 8,22 et 6,19mg / 100g ms respectivement). Comme présentés dans le tableau 31, les extraits d'olivier de Bohême par chauffage à reflux et séché par micro-onde à 450 et 900W avaient des teneurs significativement détectés de l'acide caféique (5,14 et 5,13mg / 100g ms respectivement), la teneur en épicatechine gallate plus élevée a été trouvée dans l'olivier de Bohême qu'on a extrait par un chauffage à reflux et séché par un micro-onde à 600 W (6,91mg / 100g ms), ainsi la teneur en acide vanillique plus élevée a été détectée dans d'olivier de Bohême qu'on a extrait par un micro-onde à 200 W et séché par un micro-ondes à 180 W (5,59mg / 100g ms), la vanilline était trouvé dans le fruit frais et extrait par micro-onde à 200 W a une valeur très élevée (8,54 mg / 100 mg ms) par rapport aux autres extraits.

Il est à noter qu'il y avait plusieurs composés phénoliques inconnus dans les extraits des fruits frais, lyophilisés, séchés par micro-onde à différentes puissances, pour cela ont a trouvés des faibles quantités des polyphénols totaux détectés par HPLC, probablement leurs contenus dans les fruits d'oliviers de Bohême extraits par un chauffage à reflux étaient plus élevé que ceux aux fruits d'oliviers de Bohême extrait par micro-onde à 200 W, comme indiqué dans le tableau 31. Le traitement par micro-ondes a considérablement amélioré la libération des composés phénoliques et augmente la capacité antioxydante des extraits. Le contenu de l'acide vanillique, acide

Tableau 31: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur les composés phénoliques d'olivier de Bohème (mg/100g ms)

	Extraction par micro-onde d' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché à différentes méthodes								Extraction par chauffage à reflux' <i>Elaeagnus angustifolia</i> séché à différentes méthodes							
	ElaFrMO	Ela100MO	Ela180MO	Ela300MO	Ela450MO	Ela600MO	Ela900MO	ElaLyoMO	ElaFrCR	Ela100CR	Ela180CR	Ela300CR	Ela450CR	Ela600CR	Ela900CR	CrLyoCR
Acide phénoliques																
Acides hydrobenzoïques :																
Acide benzoïque	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,0±0,00 ^f	0,013±0,00 ^f	0,307±0,00 ^a	0,304±0,00 ^f	0, 3±0,00 ^d	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	0,304±0,00 ^b	0, 305±0,00 ^b	0, 302±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f
4- Hydroxybenzoïque	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Acide vanillique	0,00±0,00 ^f	3,063±0,00 ^b	5,59±0,00 ^a	2,21±0,00 ^d	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,16±0,00 ^e	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	3,19±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f	0,00±0,00 ^f
Acide gallique	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,14±0,00 ^d	13,01±0,76 ^a	00,00±0,00 ^e	00,33±0,01 ^b	00,29±0,02 ^c	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e
Acides hydroxycinnamiques :																
Acide caféique	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	1,644±0,00 ^e	2,67±0,00 ^f	4,83±0,03 ^f	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	5,14±0,00 ^a	4,12±0,00 ^c	5,13±0,00 ^b	4,73±0,00 ^d
Acide chlorogénique	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Acide férulique	00,00±0,00 ^c	0,254±0,00 ^b	0,26±0,00 ^b	0,26±0,00 ^b	0,26±0,00 ^b	0,25±0,00 ^b	0,255±0,00 ^b	0,0±0,00 ^c	8,225±0,00 ^a	0,266±0,00 ^b	0,264±0,00 ^b	0,258±0,00 ^b	0,26±0,00 ^b	0,269±0,00 ^b	0,26±0,00 ^b	0,255±0,00 ^a
Acide sinapique	00,00±0,00 ⁱ	0,295±0,00 ^f	0,303±0,00 ^f	0,298±0,00 ^e	0,07±0,00 ^b	0, 00±0,00 ⁱ	0,00±0,00 ⁱ	0,302±0,00 ^d	9,71±0,00 ^a	0,304±0,00 ^c	0,304±0,00 ^c	0,303±0,00 ^c	0,077±0,00 ^e	0,039±0,00 ^b	0,032±0,00 ^d	0,00±0,00 ^a
p-coumarique	00,00±0,00 ^k	0,198±0,00 ⁱ	0,344±0,00 ^b	0,343±0,00 ^b	0,26±0,00 ^c	0,316±0,00 ^c	00,00±0,00 ^k	00,00±0,00 ^k	00,0±0,00 ^k	0,279±0,00 ^a	0,247±0,00 ^f	0,391±0,00 ^a	0,343±0,00 ^b	0,027±0,00 ⁱ	0,219±0,00 ^a	0,194±0,00 ^b
flavonoïdes :																
Isoquercétine	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	0,044±0,00 ^b	0,274±0,00 ^a	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c
Favonols																
Rutine	00,00±0,00 ⁱ	00,00±0,00 ⁱ	0,053±0,00 ^b	00,00±0,00 ⁱ	0,263±0,00 ^e	0,126±0,00 ^e	00,00±0,00 ⁱ	00,00±0,00 ⁱ	0,277±0,00 ^b	0,137±0,00 ^b	0,007±0,00 ^b	0,231±0,00 ^d	0,366±0,00 ^a	0,141±0,00 ^e	0,13±0,00 ^f	00,00±0,00 ⁱ
Quercétine	0,103±0,00 ^b	0,002±0,00 ⁱ	0,006±0,00 ^e	0,029±0,00 ^e	0,007±0,00 ^f	0,01±0,00 ^c	0,01±0,00 ^c	0,012±0,00 ^d	0,237±0,00 ^a	0,007±0,00 ^f	0,007±0,00 ^f	0,004±0,00 ⁱ	0,013±0,00 ^d	0,005±0,00 ^b	0,01±0,00 ^c	0,002±0,00 ⁱ
Hyperoside	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	00,00±0,00 ^e	0,015±0,00 ^c	0,36±0,00 ^a	0,008±0,00 ^d	00,00±0,00 ^e	0,003±0,00 ^c	00,00±0,00 ^e	0,001±0,00 ^f	0,025±0,00 ^b	00,00±0,00 ^e
Antocyanines :																
Ideain chloride	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Flavan-3-ol :																
Gallocatechine	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Galloépicatéchine	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Catéchine	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	0,18±0,00 ^d	0,80±0,00 ^a	0,39±0,00 ^b	0,21±0,00 ^c	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	0,15±0,00 ^c	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f	00,00±0,00 ^f
Epicatéchine	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,00±0,00 ^a	0,33±0,00 ⁱ	0,43±0,00 ^e	0,06±0,00 ^f	0,00±0,00 ⁱ	0,43±0,00 ^b	6,19±0,00 ^f	0,87±0,00 ^c	0,61±0,00 ^a	0,94±0,00 ^b	0,93±0,00 ^c	0,89±0,00 ^d	0,00±0,00 ⁱ	0,24±0,00 ^k
Epigallocatechine	0,285±0,00 ^b	0,00±0,00 ^b	0,002±0,00 ^m	0,017±0,00 ^b	0,003±0,00 ⁱ	0,03±0,00 ^c	0,253±0,00 ^c	8,225±0,00 ^a	0,019±0,00 ^e	0,02±0,00 ^f	0,006±0,00 ⁱ	0,036±0,00 ^d	0,003±0,00 ⁱ	0,005±0,00 ^b	0,015±0,00 ⁱ	0,285±0,00 ^b
Catéchinegallate	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
B2 procyanidine	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	0,46±0,00 ^a	00,00±0,00 ^d	0,42 ±0,00 ^b	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d	00,00±0,00 ^d
Epicatechinegallate	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	0,056±0,00 ^b	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c	6,91±0,00 ^a	00,00±0,00 ^c	00,00±0,00 ^c
Stilbenoides :																
Resveratrol	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Tannins :																
Acide éllagique	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	0,039±0,00 ^b	0,241±0,00 ^a	0,008±0,00 ^d	00,00±0,00 ^b	00,00±0,00 ^b	0,0001±0,00 ^e	0,001±0,00 ^f	0,002±0,00 ^e	00,00±0,00 ^b	0,012±0,00 ^c	00,00±0,00 ^b
Vaniline	8,54±0,00 ^a	0,008±0,00 ^a	0,017±0,00 ^e	0,00±0,00 ^a	0,018±0,00 ^f	0,014±0,00 ⁱ	0,01±0,00 ⁱ	0,011±0,00 ^k	0,19±0,00 ^b	0,021±0,00 ^c	0,015±0,00 ^b	0,018±0,00 ^f	0,022±0,00 ^c	0,021±0,00 ^d	0,012±0,00 ⁱ	0,01±0,00 ^m
Phloridzine	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a	00,00±0,00 ^a
Polyphénols totaux	8,92	3,82	6,57	3,68	4,382	4,265	6,10	9,34	38,49	2,65	1,79	6,34	7,61	12,73	6,14	5,71

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

ellagique et épicatechinegallate dans les extraits d'oliviers de Bohèmes obtenus par un traitement par micro-onde à 180 W, deux à huit fois plus élevés que ceux obtenus en utilisant un chauffage à reflux, et la teneur en épigallocatechine dans l'extrait de fruit lyophilisé et extrait par un micro-onde à 180 W est très élevée. Cela peut s'expliquer par deux mécanismes possibles : l'oxydation des composés thermolabiles (Garofulić et al., 2013) et l'hydrolyse des composés phénoliques à haute température (Lu et al., 2008). Ce dernier mécanisme a également expliqué l'énorme augmentation des teneurs en épigallocatechine. De plus, l'hydrolyse des tanins à haute température était responsable de libération accrue de l'acide épigallocatechine pour les fruits étudiés.

2.6.6. Effet d'extraction par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux sur les propriétés antioxydantes du fruit d'*Elaeagnus angustifolia*

2.6.6.1. Polyphénols

Les résultats sont résumés dans le tableau 32 et sont exprimés en équivalents d'acide gallique en mg par 100 g ms. Nous avons d'abord déterminé la teneur en composés phénoliques d'extraits des échantillons de fruits d'oliviers de Bohème frais et secs, en utilisant l'éthanol à 87°C comme solvants, à 100°C entre 10 et 30 minutes pour les deux types d'extractions. Le méthanol ou d'autres solvants organiques d'extraction, plutôt que l'éthanol, souvent utilisé pour l'extraction des polyphénols des plantes et des aliments (Akanitapichat et al., 2010), ont été évités pour leur toxicité qui ne permettrait pas l'utilisation de ces données pour l'application alimentaire. La plus grande quantité de composés phénoliques était trouvée dans fruits frais et extrait par un chauffage à reflux (403,00 mg GAE /100g ms), à la fois la teneur en polyphénols totaux dans les fruits frais est supérieure à celle dans les extraits des fruits secs. Cependant, la comparaison des résultats obtenus avec l'olivier de Bohème séché par micro-onde à 600 W (369,25 mg GAE /100g ms) et extrait par un chauffage à reflux c'est la meilleure méthode qui à préserver les compositions phénoliques. L'effet des divers paramètres étudiés (séchage et l'extraction par irradiation de micro-onde) étaient différents si on les comparait à des matériaux secs.

Habituellement, l'augmentation significative de l'extraction des polyphénols pour les fruits effectués une irradiation de micro-onde par rapport aux fruits secs et extrait par un procédé conventionnel (chauffage à reflux). Dans une étape suivante, nous avons comparé la teneur en composés phénoliques dans des échantillons de fruits secs et extrait par micro-onde à 200 W. Les résultats montrent que le chauffage par irradiation augmente positivement sur le rendement en composés phénoliques.

2.6.6.2. Flavonoïdes

Préparation d'extraits pour les deux techniques d'extraction en utilisant de l'éthanol à 87° et le temps d'extraction par micro-onde à 200 W est 10 minutes et pour le chauffage à reflux, le temps d'extraction est 30 minutes étaient destinés à des conditions optimales de rendement de flavonoïde contenu dans les oliviers de Bohême séchés. On a trouvé que la teneur en flavonoïdes est meilleure dans le fruit d'olivier de Bohême frais et extrait par les deux techniques d'extraction étudiées. Les techniques de séchage avant l'extraction ont des effets sur les propriétés des composés.

2.6.6.3. Flavan-3-ols

L'analyse de la variance a montré statistiquement qu'il y a une différence significative ($p < 0,05$) de la teneur totale en flavan-3-ols dans les extraits d'olivier de Bohême frais et séché qui était indiquée dans le tableau 32. Les extraits d'olivier de Bohême frais, lyophilisé et séché à basses puissances (100, 180 et 300 W) avaient la plus faible teneur en catéchine. D'autre part, les extraits d'olivier de Bohême séché à hautes puissances (450, 600 et 900 W) ont enregistré la plus élevée teneur totale en flavan-3-ols. Les méthodes de séchage et d'extraction jouent un rôle important dans la stabilité des composés phénoliques car des températures élevées peuvent conduire à une augmentation des *flavan-3-ols*.

2.6.6.4. Anthocyanes

Une comparaison des deux méthodes d'extraction est montrée sur le tableau 32. Les anthocyanes d'oliviers de Bohême frais et séchés ont été extraits par une méthode conventionnelle et par micro-onde à 200 W pour évaluer l'effet et l'efficacité de ces deux types d'extractions sur les anthocyanes des fruits d'oliviers de Bohême séchés.

L'extraction par deux techniques n'a pas affecté les anthocyanes d'olivier de Bohême frais et séchés, car les mêmes concentrations ont été identifiées dans les extraits obtenus par un chauffage à reflux et par micro-onde à 200 W (pas de différence significative). Les résultats montrent que l'extraction par micro-onde à 200 W (temps d'extraction 10 minutes) était plus efficace que la méthode conventionnelle (temps d'extraction 30 minutes). La raison des rendements d'extraction élevés par micro-onde à 200 W est généralement le mécanisme d'irradiation par micro-ondes (Sun et al., 2007; Zhang et al., 2008; Garofulic et al., 2013).

2.6.6.5. Proanthocyanidines

La teneur en proanthocyanidines de différents extraits d'olivier de Bohême obtenus à partir de matières premières et d'échantillons séchés est indiquée dans le tableau 32. Les concentrations proanthocyanidines des extraits du fruit d'olivier de Bohême séché par MO à 600 W et ECR allaient de $128,00 \pm 4,00$ mg CE /100 g ms. En général, le contenu plus élevé des proanthocyanidines dans des extraits du fruit d'olivier de Bohême séché en utilisant une méthode conventionnelle ($p < 0,05$).

La puissance d'irradiation est un autre paramètre important dans EMO. Pour examiner l'effet de la puissance d'irradiation sur le rendement d'extraction, des expériences ont été effectuées à 200 W. Le temps d'EMO a été maintenu constant tout au long de cette expérience à 10 min. Lorsque, la puissance d'irradiation est à 200 W, les teneurs en proanthocyanidines ont diminué. Du fait que le liquide ionique a une très grande capacité d'absorption d'énergie de micro-ondes, une puissance à 200 W peut provoquer une brûlure de la plante et diminuer le rendement d'extraction. Les résultats du présent travail ont montré que l'extraction par micro-onde à 200 W diminuait les proanthocyanidines et ceci dû à la dégradation et /ou polymérisation des tanins.

2.6.6.6. Acide ascorbique

Les résultats d'expérience sont présentés dans le tableau 32, les résultats montrés que la teneur en AA des extraits d'oliviers de Bohême séchés a augmenté avec l'augmentation de la puissance et le type de séchage effectué. Le rendement d'extraction était directement proportionnel avec le temps d'extraction. La teneur en acide ascorbique de tous les extraits d'olivier de Bohême séché est significativement inférieure à celle d'échantillon d'olivier de Bohême frais (Tableau 32).

La teneur en AA est élevée dans l'extrait d'olivier de Bohême séché par micro-onde à 600W et extraction par un chauffage à reflux avec la valeur de $4,04 \pm 0,77$ mg /100g ms, on peut expliquer que le transfert de masse par convection améliore la solubilité de la vitamine C et diminue la viscosité du solvant. Par contre la température élevée de séchage peut être causé une dégradation de la vitamine C dans le cas de l'extrait d'olivier de Bohême séché par micro-onde à 900W et extraction par un chauffage à reflux avec la valeur de $1,46 \pm 0,59$ mg /100g, l'extrait d'olivier de Bohême séché par micro-onde à 900W et l'extraction par EMO avec la valeur de $0,10 \pm 0,05$ mg /100 g ms.

Tableau 32: Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur les polyphénols, flavonoïdes, flavan-3-ols, anthocyanes, proanthocyanidines, acide ascorbique, β -Carotène et α -Tocopherol du fruit de olivier de Bohême

Extrait du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* L (Olivier de Bohême)

Méthodes d'extraction	Polyphénols (mg GAE /100g ms)	Flavonoïdes (mg EQ/L ms)	Flavan-3-ols (mg catechine/ g de ms)	Anthocyanes (mg de Cyanidine chloride/ 100 g ms)	Proanthocyanidines (mg catechine equivalents /100 g ms)	(mg.100 g ⁻¹ ms)		
						Acide ascorbique	β -Carotène	α -Tocopherol
Fruit extrait par Micro-onde								
ElaFrMO	396,00±0,94 ^{ab}	75,89±2,62 ^a	0,68±0,40 ^{cd}	1,22±1,02 ^a	158,34±0,16 ^a	4,96±0,70 ^a	2,92±0,00 ^b	1,17±0,31 ^{abc}
Ela100MO	106,00±11,63 ⁱ	20,46±14,5 ^{3cd}	0,71±0,70 ^{cd}	0,86±1,03 ^a	21,00±0,05 ^d	1,51±0,87 ^m	1,00±0,01 ^{ef}	1,11±0,09 ^{abc}
Ela180MO	196,25±43,36 ^{ef}	52,95±7,1 ^{abc}	0,62±0,46 ^{cd}	0,27±0,18 ^a	33,66±0,06 ^d	2,22±0,26 ^f	3,00±0,00 ^{bc}	1,23±0,08 ^{ab}
Ela300MO	214,50±48,90 ^e	33,48±5,12 ^{cd}	0,74±0,29 ^{cd}	0,45±1,14 ^a	32,00±0,06 ^{cd}	3,94±0,46 ^c	2,33±0,01 ^{cd}	1,06±0,07 ^{bcd}
Ela450MO	311,00±73,43 ^c	38,19±10,67 ^{cd}	0,97±0,37 ^c	1,40±0,82 ^a	31,00±0,07 ^{cd}	2,23±0,34 ^g	1,38±0,13 ^{def}	1,06±0,06 ^{cd}
Ela600MO	253,75±26,93 ^d	37,14±1,64 ^{cd}	1,02±0,48 ^c	0,24±0,94 ^a	42,66±0,08 ^{cd}	2,17±0,58 ⁱ	3,48±0,00 ^b	1,32±0,05 ^{ab}
Ela900MO	114,00±29,81 ^{hi}	45,20±8,98 ^{bc}	0,99±0,50 ^c	0,22±0,14 ^a	45,33±0,09 ^{cd}	0,10±0,05 ⁿ	1,59±0,00 ^{def}	1,27±0,07 ^{ab}
ElaLyoMO	175,62±18,71 ^f	24,03±2,75 ^{cd}	0,91±0,5 ^{cd}	0,17±0,24 ^a	22,83±0,00 ^d	1,59±0,76 ^k	0,59±0,00 ^f	0,96±0,04 ^d
Fruit extrait par chauffage reflux								
ElaFrCR	403,00±2,32 ^a	74,40±3,28 ^a	0,92±0,42 ^{cd}	0,35±0,14 ^a	56,00±0,04 ^{bcd}	4,12±0,15 ^a	3,14±0,13 ^a	1,34±0,06 ^{ab}
Ela100CR	179,75±19,47 ^f	25,91±5,22 ^{cd}	0,92±0,33 ^{cd}	0,17±0,07 ^a	36,66±0,98 ^{cd}	2,18±0,64 ^h	2,18±1,49 ^d	1,37±0,11 ^{ab}
Ela180CR	180,25±19,63 ^{ef}	25,42±22,82 ^{cd}	0,93±0,33 ^{cd}	0,25±0,02 ^a	29,00±0,78 ^{cd}	1,67±0,14 ^l	1,22±0,84 ^{ef}	0,17±0,07 ^c
Ela300CR	274,75±6,11 ^d	31,68±9,94 ^{cd}	2,11±0,25 ^b	0,04±0,10 ^a	104,66±0,05 ^{bc}	3,28±0,90 ^e	2,13±0,26 ^d	1,26±0,06 ^{ab}
Ela450CR	372,75±23,66 ^{ab}	49,417±17,28 ^{abc}	3,27±1,41 ^a	0,11±0,38 ^a	113,66±0,01 ^b	3,41±0,54 ^d	2,88±0,11 ^{bc}	0,15±0,06 ^e
Ela600CR	369,25±11,82 ^b	31,68±16,73 ^{cd}	3,75±0,98 ^a	0,28±0,15 ^a	128,00±4,00 ^a	4,04±0,77 ^b	1,62±0,43 ^{de}	1,59±0,23 ^a
Ela900CR	149,00±16,35 ^g	29,5±16,20 ^{cd}	1,06±0,70 ^c	0,27±0,00 ^a	30,33±0,69 ^{cd}	1,46±0,59 ^j	1,13±0,15 ^{ef}	1,46±0,14 ^{ab}
ElaLyoCR	119,25±23,25 ^{hi}	14,10±12,28 ^d	1,03±0,42 ^c	0,23±0,40 ^a	112,00±2,05 ^b	1,10±0,56 ^a	0,97±0,44 ^e	1,75±0,13 ^a

a, b, c, d, e, f, g ... : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls).

Selon Singh et al (2011), qui ont montrés que La puissance de micro-onde a eu une grande relation avec la température, c'est à-dire qu'une augmentation du niveau de puissance augmentera la température du processus d'extraction. La sensibilité à la chaleur se traduit par une diminution significative de concentration dans les extraits obtenus avec une puissance croissante. Prolongation le temps d'extraction a entraîné une diminution linéaire de l'AA. L'augmentation de la concentration de solvant augmente la teneur en AA dans l'extrait. Dans nos recherche on a appliqué un niveau de puissance plus faible d'extraction par micro-onde (200 W) est nécessaire pour maximiser le rendement des AA à partir d'échantillons d'oliviers de Bohème.

2.6.6.7.β- Carotène

Des plusieurs auteurs ont signalés que l'extraction par micro-onde est l'une de méthode les plus efficaces pour obtenir des rendements d'extraction plus élevés et améliorer efficacement l'extraction des composés bioactifs (Cravotto et al., 2008; Desai et al., 2010; Tatke et Jaiswal,2011). Il est donc important dans cette étude de comparer les techniques de séchage par micro-ondes à différentes puissance et séchage par lyophilisation sur la teneur en β- carotène dans le fruit d'oliviers de Bohème extrait par un micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux. La comparaison de ces paramètres de séchage affectés par les micro-ondes et lyophilisation avant l'extraction est présenté dans le tableau 32 .Le séchage par micro-onde et lyophilisation avant l'extraction a réduit la β- carotène dans les tous l'extraits d'oliviers de Bohème.

2.6.6.8. α-Tocophérol

Les tocophérols sont un groupe de composés antioxydants qui empêchent la progression de l'oxydation en piégeant les radicaux peroxydes sans réagir dans d'autres étapes de propagation en chaîne (Mussatto et al., 2011). Le tableau 32 montre les composés de α-tocophérols trouvés dans les extraits de pulpe de fruits d'olivier de Bohème frais et séchés. La quantité de α-tocophérol dans la pulpe des fruits frais et séchés et extraits par différentes techniques d'extraction variait de $0,15 \pm 0,06$ et de $1,75 \pm 0,13$ mg de α-tocophérol / 100 g ms. Le choix du solvant approprié est l'un des facteurs les plus importants dans l'obtention d'extraits à haute teneur en composés phytochimiques (González-Montelongo et al.,2010).

L'éthanol présentait des efficacités des solubilités de α-tocophérol dans l'extraction de la pulpe du fruit d'olivier de Bohème. En général, les quantités élevées

des composés de α -tocophérol a été trouvées dans les extraits de pulpe d'olivier de Bohême qui ont été séchés par micro-onde à 450 et 900 W et l'extraction par un chauffage à reflux ($1,75 \pm 0,13$ mg et $1,59 \pm 0,23$ mg de α -tocophérol / 100 g ms) dans les mêmes conditions d'extraction. La comparaison de deux méthodes d'extraction a montré que l'extraction par chauffage à reflux était plus efficace dans l'extraction des composés de α -tocophérol par rapport l'extraction par micro-onde à 200 W.

2.6.7. Effet d'extraction sur l'activité antioxydante des extraits de fruit d'olivier de Bohême

2.6.7.1. Test de DPPH

Le vieillissement et différentes maladies chroniques, y compris le diabète, le cancer et les maladies cardiovasculaires pourraient être causés par le stress oxydatif.

Les activités de piégeage des radicaux libres des extraits du fruit d'*Elaeagnus angustifolia* sont plus élevées dans l'ordre: extraction par micro-onde à 200 W des fruits frais ($73,74 \pm 0,32$) > extraction par micro-onde à 200 W des fruits séchés par micro-onde à 450 W ($71,52 \pm 0,03$) > les restes des fruits séchés, lyophilisés et extrait par micro-onde à 200 et chauffage à reflux sont des mêmes valeurs pas des différences significatives ($65,03 \pm 1,53$ - $53,94 \pm 0,07$) (Tableau 33).

Les activités antioxydantes des fruits séchés et extrait par micro-onde à 200 W en général étaient les plus élevées sauf dans l'extraits des fruits séché par micro-onde à 600W ($35,9 \pm 0,67$), suggérant que le procédé d'extraction pourrait avoir augmenté la quantité des composés phytochimiques dans un processus thermique court (Nantitanon et al.,2010).Ceux-ci indiquent qu'une durée thermique courte augmentant l'activité antioxydante dans l'échantillon et diminuant la formation de pro-oxydant. En outre. Les activités antioxydantes ont été principalement attribuées à la teneur totale en composés phénoliques dans les extraits de fruits d'olivier de Bohême (teneur moyenne en polyphénols notre résultat $400 \pm 0,07$) (Tableau 33).

En général, les extraits qui possèdent des activités antioxydantes moins élevées dans les fruits d'olivier de Bohême extraits par un chauffage à reflux même dans différentes conditions de séchage. Cependant, le processus de séchage et d'extraction à longue durée peut entraîner des changements des activités antioxydantes (Chan et al.,2009; Vashisth et al., 2011; Adámková et al., 2015).

2.6.7.2. Test FRAP

les valeurs totales FRAP ont été augmentées progressivement dans l'ordre: extraction par un chauffage à reflux des fruits lyophilisés, séchés par micro-onde à 450 et 900 W > extraction par micro-onde à 200 W des fruits frais > extraction par

micro-onde à 200 W des fruits séchés par micro-onde à 180 W > extraction par un chauffage à reflux des fruits séchés par micro-onde à 180 W (Tableau 33).

L'activité antioxydante la plus élevée des extraits séchés par micro-ondes et extrait par un chauffage à reflux puisque le temps d'exposition à la chaleur est court.

2.6.7.3. Test d'ORAC

Les propriétés antioxydantes des extraits d'oliviers de Bohème séchés ont été comparées à l'aide DPPH, FRAP et d'ORAC. Les activités antioxydantes des extraits des fruits d'oliviers de Bohèmes brutes et séchés ont été déterminées en utilisant le test ORAC et exprimées en $\mu\text{mol TE/g ms}$ (Tableau 33) Les valeurs ORAC plus élevés et ont été trouvés dans des fruits d'oliviers de Bohèmes frais et lyophilisés et extraits par de chauffage à reflux étaient de $565,34 \pm 3,00$ et $560,46 \pm 9,55 \mu\text{mol TE/g.ms}$, respectivement. Les valeurs ORAC aussi élevés et ont été trouvés dans des fruits d'oliviers de Bohèmes séchés par micro-onde à différentes puissances (600, 180 et 100W et extraits par micro-onde à 200 W étaient de $558,52 \pm 0,11$; $554,62 \pm 1,35$ et $553,64 \pm 6,63 \mu\text{mol TE/g ms}$) respectivement.

Tableau 33 : Effet d'extraction par micro-onde à 200 Watts et à chauffage à reflux sur l'activité antioxydante d'olivier de Bohème utilisant DPPH assays. FRAP et ORAC

Fruit <i>Elaeagnus angustifolia</i> L (Olivier de Bohème)			
Méthodes d'extractions	DPPH ($\mu\text{g TE} / \text{g ms}$)	FRAP ($\mu\text{M Fe(II)/g ms}$)	ORAC ($\mu\text{M TE/g ms}$)
Fruit extrait par un micro-onde			
ElaFrMO	73,74 \pm 0,32 ^a	247,94 \pm 90,44 ^{bc}	540,97 \pm 5,59 ^c
Ela100MO	61,11 \pm 0,01 ^{abc}	335,41 \pm 21,64 ^{abc}	553,64 \pm 6,63 ^{ab}
Ela180MO	59,21 \pm 0,02 ^{abc}	296,25 \pm 39,62 ^{bc}	554,62 \pm 1,35 ^{ab}
Ela300MO	67,33 \pm 0,01 ^{abc}	333,59 \pm 154,68 ^{ac}	541,95 \pm 0,29 ^c
Ela450MO	71,52 \pm 0,03 ^{ab}	467,11 \pm 109,22 ^{ab}	552,67 \pm 1,94 ^{abc}
Ela600MO	35,9 \pm 0,67 ^c	394,68 \pm 63,93 ^{abc}	558,52 \pm 0,11 ^{ab}
Ela900MO	53,94 \pm 0,01 ^{abc}	244,99 \pm 34,86 ^{bc}	518,55 \pm 7,40 ^{de}
ElaLyoMO	56,82 \pm 0,03 ^{abc}	387,50 \pm 60,10 ^{abc}	522,45 \pm 6,26 ^{de}
Fruit extrait par un chauffage reflux			
ElaFrCR	70,83 \pm 3,01 ^{abc}	246,80 \pm 7,97 ^{bc}	565,34 \pm 3,00 ^a
Ela100CR	68,21 \pm 2,51 ^{abc}	240,60 \pm 5,56 ^{bc}	528,30 \pm 4,41 ^d
Ela180CR	44,07 \pm 3,51 ^{bc}	421,60 \pm 41,14 ^{abc}	540,97 \pm 5,58 ^c
Ela300CR	58,85 \pm 0,61 ^{abc}	223,36 \pm 13,43 ^c	515,63 \pm 3,34 ^e
Ela450CR	58,33 \pm 0,85 ^{abc}	551,11 \pm 37,10 ^a	539,02 \pm 6,01 ^c
Ela600CR	65,43 \pm 0,94 ^{abc}	290,80 \pm 29,67 ^{bc}	544,87 \pm 4,93 ^{bc}
Ela900CR	51,93 \pm 0,07 ^{abc}	505,82 \pm 71,30 ^a	556,57 \pm 0,17 ^{ab}
ElaLyoCR	65,03 \pm 0,05 ^{abc}	495,16 \pm 10,58 ^a	560,46 \pm 9,55 ^a

a, b, c, d, e, f, g : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de $P < 5\%$ (méthode de Newman et Keuls).

Le contenu le plus élevé est conservé dans des échantillons lyophilisés cela pourrait être dû au manque de chaleur utilisé dans d'autres méthodes. La méthode de lyophilisation et extraction par un chauffage à reflux montrée des valeurs ORAC significativement plus élevées ($p < 0,05$) par rapport à l'autre méthode de séchage et d'extraction utilisée.

2 .6.8.Effet d'extraction sur les propriétés fonctionnelles des extraits du fruit d'olivier de Bohème

2 .6.8.1.Capacité de rétention d'eau et d'huile

Les propriétés fonctionnelles, telles que CRE et CRH, des extraits (EMO et ECR) des pulpes d'oliviers de Bohème frais, lyophilisés et séchés par micro-onde à différentes puissances (180 - 900 W) ont été mesurées. Les résultats obtenus pour les extraits d'oliviers de Bohème frais et séchés sont présentés sur le tableau 34. Comme on peut le constater, les extraits des fruits secs possèdent une CRE et une CRH plus élevées que les extraits frais des oliviers frais, on a trouvé la CRE et CRH plus élevées dans les extraits d'oliviers séchés par micro-onde à 600W et extrait par micro-onde à 200 W ($213,63 \pm 0.29 \%$ et $220 \pm 2.28\%$ respectivement). Cela peut être dû à la teneur en humidité initiale plus faible permettant l'adsorption de plus d'eau et d'huile. Par ailleurs, les fibres alimentaires étaient plus élevées selon Saadoudi (2008). Cependant, après l'extraction par micro-onde à 200W, CRE et CRH des fruits secs sont devenus plus élevés que ceux des fruits extraits par un chauffage à reflux. On peut également remarquer que, par rapport à l'état frais, toutes les propriétés fonctionnelles des fruits lyophilisés ont diminué après l'extraction par micro-onde à 200W et chauffage à reflux. Selon ces résultats, il semble que des extraits d'oliviers de Bohèmes lyophilisés présentent une plus faible capacité à absorber d'huile, cette propriété étant l'une des caractéristiques les plus souhaitées. En observant que le séchage avant l'extraction a un effet sur les propriétés fonctionnelles, on peut noter que le séchage à différentes puissances appliquées influe significativement à la fois le CRE et le CRH ($P < 0,05$). Selon (Garau et al., 2006), l'eau pourrait être maintenue dans les structures capillaires de la fibre en raison de la résistance à la tension superficielle, et l'eau pourrait également interagir avec les composants moléculaires de la fibre par liaison hydrogène ou sous forme de dipôle. Cependant, l'CRH dépend des propriétés de surface, de la densité de charge globale, de l'épaisseur et de la nature hydrophobe de la particule de fibre. L'extraction par micro-onde à 200W affecte la matrice fibreuse modifiant les caractéristiques structurelles et la composition chimique de la fibre

(affinité de l'eau de ses composants) et favorisant la rétention d'eau et d'huile. Les hauts CRE de ces fruits séchés par micro-onde à différentes puissances suggèrent qu'ils peuvent être utilisés comme ingrédients fonctionnels pour réduire la synérèse, modifier la texture et la viscosité et réduire les calories des aliments.

2 .6.8.2. Solubilité

Les valeurs de la solubilité des extraits des fruits d'oliviers de Bohème frais, lyophilisés, séchés par micro-onde à 200 W sont indiquées dans le tableau 34. La solubilité des extraits d'oliviers de Bohème séchés par micro-onde à différentes puissances était plus élevée que celui des oliviers de Bohème frais. La solubilité des extraits d'oliviers de Bohèmes séchés et extrait par micro-onde à 200 W étaient supérieures à celle des extraits d'oliviers de Bohème séchés et extrait par un chauffage à reflux. Une baisse solubilité aux niveaux des deux extraits d'oliviers de Bohème lyophilisés. La dénaturation des protéines au cours de lyophilisation de fruit d'olivier de Bohème a conduit au déploiement de la protéine molécule exposant les groupes hydrophobes situés dans l'intérieur ce qui contribue à une diminution de la solubilité (Arrese et al., 2002). Les effets du traitement thermique sur les protéines sont importants puisque la chaleur diminue souvent la solubilité et aussi que d'autres fonctionnalités (Kinsella, 1976).

2 .6.8.3. Capacité d'émulsion (CE)

Les émulsions sont formées en raison de la présence de groupes hydrophobes, hydrophiles et d'hydrates de carbone. La CE est plus élevée dans les extraits d'oliviers de Bohème séchés et extrait par micro-onde à 200 W par rapport aux fruits séchés et extrait par un chauffage à reflux, ainsi la CE plus faible dans les extraits des fruits d'oliviers de Bohème frais et lyophilisés quelque soit le type d'extraction .

Les capacités émulsifiantes élevées dans les extraits des fruits oliviers de Bohème séchés par un micro-onde à 450 et 600 W et leurs extraction se fait par un micro-onde à 200 et les extraits des fruits oliviers de Bohème séchés par un micro-onde à 300 W et leurs extraction se fait par un chauffage à reflux , ces échantillons suggèrent qu'ils ont appropriés pour l'application dans les produits alimentaires et pharmaceutiques en tant qu'émulsifiants.

2 .6.8.4. Stabilité émulsifiante (SE)

Comme le montre le tableau 34, la capacité de stabilisation de l'émulsion de l'échantillon lyophilisé est extrait par un micro-onde à 200 W (91,63%) était significativement plus élevé ($p < 0.05$) comparé à l'échantillon lyophilisé est extrait par

un chauffage à reflux (84,82%) . La Stabilité émulsifiante est plus haute dans le fruits séché par micro-onde à 600 W et leur extraction se fait par un micro-onde à 200W on suggère qu'il est plus stable à l'interface et suffisamment flexible pour former des membranes interfaciales fortes qui améliorent la stabilité de l'émulsion (Mundi et Aluko, 2012).D'un autre côté, dans le fruit olivier de Bohème séché par micro-onde à 180 W et leur extraction se fait par un chauffage à reflux pendant 30 minutes il ya une dénaturation importante de protéine qui signifie une plus bas dans la stabilisation de l'émulsion, en général par la méthode d'extraction par un chauffage à reflux est influe négativement sur la stabilité des émulsifiants du fruit d'olivier de Bohème.

2 .6.8.5. Propriété moussante

Le pouvoir moussant du fruit d'oliviers de Bohème extrait par micro-onde à 200 W et par un chauffage à reflux est nul .Ce résultat a montré que fruits *Elaeagnus angustifolia* n'est pas un agent moussant.

Les résultats montrent que ne y'a pas une formation une mousse aux niveaux des extraits des fruits étudiées. Ceci peut-être dû à la quantité de la protéine (faible teneur 2-3%) et l'effet du traitement thermique quelque soit séchage ou extraction pendant le traitement qui pourrait dénaturer la protéine et par conséquent a détruit la capacité moussante.

2 .6.8.6. Viscosité

La viscosité Comme le montre le tableau 34, la viscosité était plus élevée dans l'extrait de fruit d'olivier de Bohème frais qui est extrait par un chauffage à reflux que à celle d'olivier de Bohème lyophilisé et extrait par un micro-onde à 200 W ($p < 0,05$).

Le changement de viscosité résulte de l'influence de méthode d'extraction, on a trouvé que la méthode d'extraction par un micro-onde augmente la viscosité.

2 .6.8.7. pH

Il y avait de différence significative du pH dans les extraits des oliviers Bohème secs, qui allait entre de 5,57 à 6,11 les fruits secs et leurs extraction, on a utilisé un micro-onde à 200 W et un chauffage à reflux.

On constate que pas seulement les techniques d'extractions influent sur le pH mais aussi l'influence les méthodes peuvent être dues au prétraitement des fruits (dans notre étude, le séchage par micro-onde à différentes puissances et par lyophilisation).

2 .6.8.8. Solides solubles totaux (TSS)

Les résultats dans le tableau 34 , montrent l'effet des méthodes d'extraction sur les solides solubles totaux (TSS) dans les extraits d'oliviers de Bohème frais, secs et

lyophilisés variaient de 2 à 13,3 ° Brix. Le contenu de TSS dans l'extrait d'olivier de Bohème lyophilisé et extrait par un chauffage à reflux était significativement plus élevé que TSS par d'autre méthode d'extraction. Les valeurs de TSS les plus élevés sont obtenues pour les fruits séchés par micro-onde à 100,300 et 900 W. Les extractions par un micro-onde à 200 W rapportées dans cette expérience étaient respectivement de 9, 8,5, et 7,1 Brix.

L'extraction des fruits secs par un micro-onde à 200W a eu le pourcentage le plus élevé de TSS par rapport à celui de chauffage à reflux.

2 .6.8.9. Pouvoir gélifiant

Le pouvoir gélifiant de fruits d'oliviers de Bohème sont préparées par divers prétraitements avant extraction et ont été présentées dans le tableau 35. Le témoin qui était du fruit frais extrait sans prétraitement (séchage). On a trouvé que le témoin est le fruit frais présentait un très faible rendement de protéines (3,60-5,78%)(Cansev et al.,2011). De plus, l'extrait préparé sans prétraitement et lyophilisé présente une forte capacité de gélification par rapport aux extraits des fruits séchés par micro-onde et extrait par les deux types d'extractions étudiés. Avec les prétraitements, l'extraction par un chauffage à reflux influe négativement sur la capacité de gélification. Le prétraitement pourrait rompre les liaisons intra- et intermoléculaires pour dénaturer la structure protéique et glucidique donc abaisser la capacité de gélification.

On a également observé que la capacité de formation de gel augmentait avec l'augmentation de la concentration des échantillons d'amidon (Lawal et al., 2004). Bien que le résultat de cette étude a montré que la modification acide n'a pas affecté la gélification. Sester (1993), a rapporté que l'hydrolyse acide peut faire perdre l'amidon sa capacité à gélifier.

Les facteurs influencent sur la capacité de gélification comprennent le pH, force ionique, agents réducteurs et la température (Sathe, 2002). La gélification des protéines est dépendante un minimum de 8% de concentrat de protéine pour former un gel. La capacité de la structure de gel pour fournir une matrice pour tenir eau, graisse, saveur, sucre et autres aliments additifs est très utile dans une variété de produits dérivés (Kinselle, 1976, Hettiarachchy et Kalapathy, 1998).

Tableau 34 : Effet des méthodes d'extraction (EMO et ECR) sur la capacité de rétention d'eau et d'huile, solubilité, capacité émulsifiante, stabilité des émulsions, pouvoir moussant, viscosité ,pH et solide solubles totaux du fruit d'olivier de Bohème

	Rétention d'eau%	Rétention d'huile %	Solubilité %	Capacité émulsifiante%	stabilité des émulsions%	Pouvoir moussant %	Viscosité (mPa.s)	pH	Solides solubles totaux [Brix°]
Fruit extrait par Micro-onde									
ElaFrMO	199,43±1,99 ^e	179,86±1,34 ^f	84,1±1,71 ^j	40,00±0,22 ^l	72,35±0,21 ^m	-	3,30±0,01 ^b	5,92 ^e	10,6±0,01 ^b
Ela100MO	203,33±0,61 ^b	195,33±3,78 ^c	91,13±0,17 ^f	45,91±0,05 ^d	89,89±0,61 ^e	-	3,24±0,01 ^{bc}	6,04 ^{cd}	9±0,00 ^c
Ela180MO	161,33±0,84 ^m	150±0,92 ^l	89,23±0,63 ^h	43,45±0,25 ⁱ	85,09±0,31 ^g	-	3,16±0,01 ^{de}	6,02 ^b	6,8±0,02 ^f
Ela300MO	199,33±0,79 ^f	176,74±1,89 ^g	95,15±3,57 ^c	44,5±0,00 ^g	89,92±0,56 ^e	-	3,22±0,01 ^c	6,04 ^{cd}	8,5±0,00 ^d
Ela450MO	200,54±0,06 ^c	183,30±2,84 ^d	97,6±0,01 ^a	46,18±1,06 ^c	90,60±0,85 ^c	-	3,03±0,02 ^f	6,05 ^c	3,4±0,00 ^j
Ela600MO	213,63±0,29 ^a	220±2,28 ^b	96,07±0,00 ^b	55,39±0,16 ^a	92,42±0,59 ^a	-	2,98±0,00 ^g	6,11 ^a	2±0,00 ^m
Ela900MO	195,25±6,79 ^h	181,80±1,68 ^e	93,8±3,67 ^d	45,00±0,40 ^f	90,19±0,00 ^d	-	3,17±0,00 ^d	6,04 ^{cd}	7,1±0,00 ^e
ElaLyoMO	187,23±3,34 ⁱ	166,11±2,98 ⁱ	88,65 ±0,08 ⁱ	41,64±0,11 ^j	91,63±1,97 ^b	-	3,01±0,01 ^{fg}	6,01 ^e	2,8±0,01 ^l
Fruit extrait par chauffage à reflux									
ElaFrCR	176,94±0,79 ^k	156,14±0,18 ^j	75,30±3,92 ^p	35,1±1,00 ^o	80,33±1,82 ^k	-	3,12±0,01 ^e	5,11 ^j	5,8±0,02 ^h
Ela100CR	133,93±0,51 ^p	95,33±0,84 ^o	80,18±0,11 ^m	37,38±0,13 ⁿ	68,8±2,67 ^o	-	3,10±0,00 ^e	5,79 ^h	5,3±0,00 ⁱ
Ela180CR	157,33±6,04 ⁿ	106±0,20 ⁿ	82,3±0,48 ^l	41,3±3,78 ^k	69,99±0,18 ⁿ	-	3,14±0,00 ^{de}	5,90 ^f	6,4±0,00 ^g
Ela300CR	200,23±0,72 ^d	180±1,02 ^f	92,69±1,57 ^e	55,09±0,67 ^b	88,60±1,07 ^f	-	3,02±0,00 ^{fg}	6,08 ^b	3±0,00 ^k
Ela450CR	184,55±0,04 ^j	243,33±1,4 ^a	90,69±0,06 ^g	45,63±0,34 ^e	84,61±0,03 ⁱ	-	3,11±0,02 ^e	6,03 ^{cd}	5,4±0,00 ⁱ
Ela600CR	163,05±0,92 ^l	152±6,88 ^k	76,97±0,59 ^o	38,03±0,15 ^m	81,05±0,85 ^j	-	3,14±0,00 ^{de}	5,59 ⁱ	6,4±0,00 ^g
Ela900CR	195,28±1,57 ^g	169,93±0,00 ^h	83,82±0,10 ^k	43,8±2,19 ^h	73,00±0,65 ^l	-	2,99±0,01 ^g	5,92 ^a	2,1±0,00 ^m
ElaLyoCR	154,29±7,19 ^o	136,80±0,08 ^m	78,12 ±6,81 ⁿ	32,19 ±0,01 ^p	84,82 ±0,03 ^h	-	3,40±0,06 ^a	5,88 ^g	13,3±0,06 ^a

a, b, c, d, e, f, g ...p : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(méthode de Newman et Keuls)

Tableau 35 : Effet d'extraction (EMO et ECR) sur le pouvoir gélifiant du fuit d'olivier de Bohème

<i>E. angustifolia</i>	Concentration[C]%									
	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
ElaFrMO	14,75±0.00 ^{eb}	16,11±0.34 ^{dv}	23,47±0.01 ^{dk}	32,12±0.01 ^{ct}	43,12±0.01 ^{bv}	67,17±0.81 ^{at}	82,00±0.01 ^m	100,00±0.0 ^a	100,00±0.0 ^a	100,00±0.00 ^a
Ela100MO	13,27±0.00 ^{ed}	17,25±0.34 ^{dt}	23,01±0.01 ^{dm}	34,40±0.01 ^{cn}	40,92±0.01 ^{cb}	47,33±0.61 ^{bp}	67,15±0.01 ^{aj}	75,13±0.01 ^r	100,00±0.00 ^a	100,00±0.00 ^a
Ela180MO	15,33±0.00 ^{ea}	23,67±0.39 ^{di}	30,63±0.01 ^{cw}	35,92±0.05	42,10±0.05 ^{bz}	49,09±0.02 ^{bl}	65,33±0.03 ^{am}	72,01±0.01 ^y	73,05±0.01 ^w	74,21±0.42 ^u
Ela300MO	20,12±0.00 ^{ds}	27,29±0.30 ^{dc}	33,47±0.00 ^{cp}	40,98±0.00 ^{ca}	46,98±0.70 ^{bq}	50,17±0.19 ^{bh}	64,15±0.01 ^{an}	70,45±0.00 ^{ab}	74,67±0.01 ^t	85,17±0.41 ⁱ
Ela450MO	23,29±0.00 ^{dl}	29,62±0.98 ^{da}	36,81±0.00 ^{ch}	44,63±0.12 ^{bu}	48,90±0.10 ^{bm}	50,17±0.01 ^{bh}	61,04±0.01 ^{as}	73,09±0.00 ^v	75,83±0.00 ^p	90,14±0.00 ^h
Ela600MO	28,11±0.00 ^{bd}	30,12±0.51 ^{cx}	40,91±0.00 ^{cb}	45,18±0.01 ^{bs}	50,13±0.01 ^{bj}	52,13±0.01 ^{bd}	61,34±0.01 ^{ar}	75,43±0.00 ^q	77,19±0.00 ^o	100,00±0.00 ^a
Ela900MO	29,71±0.02 ^{cz}	32,01±0.03 ^{cu}	43,07±0.00 ^{bw}	50,29±0.01 ^{bg}	50,36±0.01 ^{bf}	52,67±0.00 ^{bc}	62,47±0.09 ^{ar}	92,67±0.00 ^g	82,60±0.00 ^j	98,73±0.06 ^b
ElaLyoMO	14,10±0.00 ^{ec}	15,93±0.34 ^{dx}	23±0.01 ^{dm}	34,20±0.01 ^{co}	39,11±0.01 ^{cf}	54,45±0.81 ^{bb}	67,12±0.01 ^{ak}	95,72±0.01 ^f	100,00±0.00 ^a	100,00±0.00 ^a
ElaFrCR	12,05±0.01 ^{ef}	16,81±0.34 ^{du}	21,19±0.01 ^{dp}	30,13±0.01 ^{cx}	40,47±0.01 ^{cd}	54,74±0.81 ^{ba}	70,40±0.01 ^{ac}	60,72±0.01 ^{au}	100,00±0.00 ^a	100,00±0.00 ^a
Ela100CR	11,58±0.04 ^{eg}	21,49±0.24 ^{do}	23,00±0.01 ^{dm}	31,08±0.01 ^{cv}	36,18±0.01 ^{ej}	60,12±0.61 ^{av}	50,15±0.01 ^{bi}	63,72±0.01 ^{ao}	98,27±0.00 ^c	100,00±0.00 ^a
Ela180CR	13,12±0.00 ^{ee}	24,18±0.39 ^{dh}	26,57±0.01 ^{dd}	32,17±0.05 ^{cs}	38,40±0.05 ^{cg}	45,15±0.22 ^{bt}	55,19±0.03 ^{ay}	67,72±0.01 ^{ah}	65,66±0.01 ^{al}	98,15±0.82 ^d
Ela300CR	15,49±0.00 ^{dy}	26,36±0.30 ^{de}	24,66±0.00 ^{dg}	36,00±0.07 ^{ck}	39,12±0.00 ^{cf}	47,65±0.19 ^{bo}	55,33±0.01 ^{ax}	69,81±0.05 ^{ag}	69,93±2.00 ^{af}	60,12±0.41 ^{av}
Ela450CR	20,12±0.00 ^{ds}	21,17±0.18 ^{dq}	27,30±0.00 ^{dc}	40,21±0.00 ^{ce}	40,84±0.00 ^{cc}	48,36±0.01 ^{bn}	56,00±0.01 ^{aw}	71,81±0.00 ^z	70,01±0.00 ^{ae}	70,89±0.00 ^{aa}
Ela600CR	23,59±0.00 ^{dj}	22,41±0.51 ^{dn}	32,52±0.00 ^{cr}	42,48±0.01 ^{bx}	42,33±0.01 ^{by}	49,64±0.01 ^{bk}	55,10±0.01 ^{az}	74,81±0.00 ^s	72,37±0.00 ^x	70,12±0.00 ^{ad}
Ela900CR	25,94±0.00 ^{df}	30,02±0.03 ^{cy}	36,63±0.00 ^{ci}	43,06±0.01 ^{bw}	45,60±0.01 ^{br}	50,93±0.00 ^{be}	60,94±0.01 ^{at}	80,06±2.00 ^m	78,46±0.00 ⁿ	97,67±0.00 ^e
ElaLyoCR	15,45±0.03 ^{dz}	16,01±0.04 ^{dw}	20,61±0.01 ^{dr}	32,90±0.01 ^{cq}	35,95±0.01 ^{cl}	50,12±0.81 ^{bj}	63,42±0.01 ^{ap}	80,14±0.01 ^l	100,00±0.00 ^a	100,00±0.00 ^a

a, b, c, d, e, f, g... : Dans chaque colonne, les moyennes suivies d'une lettre différente sont significativement différentes au seuil de P<5%(**méthode de Newman et Keuls**)

2.6.8.9. Coût, énergie d'extraction des deux fruits étudiés

Extraction par une micro-onde à 200 W a été développée comme étant une méthode d'extraction « douce », écologique, rapide.

Cette technologie respectueuse de l'environnement fournit un extrait de haute qualité et quasi identique à celui obtenu par la méthode conventionnelle.

L'énergie nécessaire pour la réalisation des deux méthodes d'extraction par ECR (énergie nécessaire à la réalisation de l'étape d'extraction) est moins d'énergie par rapport à la méthode la méthode EMO (énergie nécessaire à la réalisation d'étape d'extraction et l'énergie nécessaire au fonctionnement du four).

Les calculs énergétiques ont été réalisés à l'aide d'un Wattmètre placé sur les prises de courant électrique à l'entrée du four micro-ondes et des chauffages électriques (chauffe ballon).

Tableau 36 : Comparaison énergétique des deux méthodes d'extractions pour les deux fruits étudiés

<i>Fruits (Crataegus azarolus et Elaeagnus angustifolia)</i>					
Extraction par micro-onde à 200 W			Extraction par chauffage à reflux		
Puissance en (Watts)	Temps de séchage en (min)	Consommation électrique (kWh)	Puissance en (Watts)	Temps de séchage en (min)	Consommation électrique (kWh)
200	10	0,02	100	30	0,05

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

Partie séchage

Ce présent travail consiste à l'étude expérimentale du séchage par lyophilisation et par micro-ondes à différentes puissances de deux fruits *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia*.

Les résultats ont montré que les fruits séchés par micro-onde à différentes puissances pourrait entraîner une inactivation des oxydations enzymatiques, réduire le temps de contact avec l'oxygène et la lumière et contribuer à une meilleure protection des composés phénoliques. Par conséquent, les fruits séchés par lyophilisation avaient plus de rétention des polyphénols totaux par rapports à celles séchés par micro-onde à différentes puissances.

Les antioxydants ont été plus élevés pour l'azérole lyophilisée et séché par micro-onde à 180 W et ainsi les échantillons lyophilisés avaient des antioxydants élevés.

La plus grande activité antioxydante a été observée pour l'olivier de Bohême lyophilisé et séché par micro-onde à 600 W et la perte d'antioxydants pendant le séchage peut être dû aux conditions du procédé, en particulier aux températures et à la durée utilisée.

Fruit de *Crataegus azarolus*

La technique de séchage par lyophilisation a eu un effet positif sur les composés phénoliques. De plus, la lyophilisation a eu un impact positif sur les concentrations en acide vanilique, acide gallique, acide sinapique, épigallocatechine, resveratol et acide éllagique des azéroles. Cependant, 180 W est la meilleure puissance de micro-onde pour sécher et conserver les composés phénoliques (épicatéchine, épigallocatechine, catéchine gallate). Les résultats de la présente étude révèlent que la lyophilisation peut être explorée comme une méthode viable pour sécher le fruit d'azérole et aussi retenir la quantité maximale de leurs composés bioactifs naturels.

Toutes les méthodes de séchage étudiées avait des effets négatifs sur l'acide ascorbique, l' α -tocophérol, la β -carotène, les composés phénoliques, les flavonoïdes, les anthocyanines, les proanthocyanines, les flavan-3-ols et la capacité antioxydante de fruit d'azérole. La lyophilisation avait le plus bas effet négatif. En général les temps de séchage plus longs et des températures de séchage plus élevées produisent des pertes des antioxydants.

Les propriétés techno-fonctionnelles (CRE, CRH, solubilité, pouvoir moussant, pouvoir émulsifiant, stabilité d'émulsifiant, gélification, viscosité, pH et TSS) ont été mesurées pour les fruits

d'azéroles frais, lyophilisés et séchés par micro-ondes à différentes puissances (180- 900 W). Les propriétés techno-fonctionnelles varient de même avec la variation des puissances de séchage. L'augmentation de la puissance de séchage appliquée affecte la matrice poreuse de fruit étudié (très riche en fibre) ce qui modifie le volume des pores et augmente les propriétés d'hydratation de l'échantillon (CRE augmente).

Azéroles séchés aux micro-ondes avec application de 450 W avait une bonne propriété antioxydante et fonctionnelle. Ainsi, ce fruit pourrait être considéré comme une source importante de composants biologiquement actifs avec une capacité antioxydante élevée.

Fruit d'*Elaeagnus angustifolia*

La méthode de séchage par micro-onde à 100 et 180W donne des teneurs élevées des composés phénoliques. En général les faibles puissances ont une influence positive sur les teneurs des composés phénoliques. Cependant, le séchage de l'olivier des Bohème à hautes puissances est peu pratique. Le séchage par la lyophilisation permet de maintenir les composés phénoliques.

L'analyse antioxydants des poudres de l'olivier de Bohème, les deux différentes méthodes de séchage à montré que chaque méthode de séchage n'influence pas de manière significative sur les composants des antioxydants du fruit d'*Elaeagnus angustifolia*.

À 600 W est la meilleure puissance de micro-onde pour sécher et conserver l'acide ascorbique, α -tocophérol, β -carotène, composés phénoliques, flavonoïdes, anthocyanines, proanthocyanines, flavan-3-ols et polyphénols et aussi le fruit lyophilisé conserve les tannins (anthocyanines et proanthocyanines) et des polyphénols.

L'évaluation des effets du séchage par les deux méthodes sur l'activité antioxydante des composés phénoliques révèle que le séchage par micro-onde à 100 et 180 W ont plus d'activité antioxydante, mais le séchage par micro-onde est plus avantageux du point de vue de temps.

Les valeurs des propriétés fonctionnelles sont variables selon les puissances utilisées au cours de séchage par micro-onde. Des valeurs plus élevées de CRE, CRH, solubilité et pouvoir émulsifiant, stabilité d'émulsifiant et gélification sont ont été trouvés dans fruit d'olivier de Bohème séché par micro-onde à 450W.

Partie extraction

Dans cette étude, les fruits d'azéroles et d'oliviers de Bohème ont été extraits en utilisant des micro-ondes à 200 W et un chauffage à reflux. Les valeurs les plus élevées de teneur en composés phénoliques, d'activités antioxydantes et propriétés fonctionnelles ont été obtenues à 200 W de micro-ondes ont été utilisés.

Le traitement par micro-ondes a considérablement amélioré la libération des composés phénoliques et augmenté la capacité antioxydante des extraits.

Dans l'olivier de Bohême, il n'y avait pas de différence significative entre micro-ondes et extraction conventionnelle (Chauffage à reflux).

Les micro-ondes diminuent le temps d'extraction de manière significative qui joue un rôle important dans la rétention des composés phénoliques des fruits de *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia* et la réduction des coûts d'extraction.

Comme les résultats obtenus, ne constituent qu'une première étape dans la recherche des substances, de source naturelle, biologiquement actives, nous pouvons émettre certaines perspectives à envisager dans cet axe de recherche et compléter ainsi notre projet, il s'agit de :

- ✓ Optimiser les conditions d'extraction ;
- ✓ Étude ethno-pharmacologique et évaluation de l'activité antimicrobienne, anti-cancer, anti-inflammatoire et l'activité hypoglycémiant des extraits des fruits de *Crataegus azarolus* et *Elaeagnus angustifolia*.

**RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUES**

Références bibliographiques

- Abbasi H., Rezaei K., Emamdjomeh Z. et Mousavi S. M. E., 2008.** Effect of Various Extraction Conditions on the Phenolic Contents of Pomegranate Seed Oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*; 110: 435-440.
- Abdeddaim M., 2002.** Étude de la composition biochimique et essais de valorisation des amandes d'abricot de la région des Aurès. Mémoire de magister. Université de Sétif, 42p.
- AFNOR, 1982.** Produits dérivés des fruits et légumes-jus de fruits. Détermination de pH, Association française de normalisation. Ed. AFNOR, Paris, 325 p.
- AFNOR-DGCCRRF, 1995.** Contrôle de qualité des produits alimentaires, méthodes d'analyses officielles. Paris, 416p.
- Ahmadiani A., Hosseiny J., Semnanian S., Javan M., Saeedi F., Kamalinejad M. et Saremi S., 2000.** Antinociceptive and anti-inflammatory effects of *Elaeagnus angustifolia* L. fruit extract. *Journal of Ethnopharmacology*; 72: 287-292.
- Akanitapichat P., Phraibung K., Nuchklang K. et Prompitakkul S. 2010.** Antioxidant and hepatoprotective activities of five eggplant varieties. *Food and Chemical Toxicology*; 48(10):3017-3021.
- Akintayo E.T., Oshodi A.A. et Esuoso K.O., 1999.** Effects of NaCl, ionic strength and pH on the foaming and gelation of pigeon pea (*Cajanus cajan*) protein concentrates. *Food Chemistry*, 66: 51-56.
- Aksoy A. et Sahin U., 1999.** *Elaeagnus angustifolia* L. as a Biomonitor of Heavy Metal Pollution. *Journal of botany*, 23: 83-86.
- Al Haddad M., 2007.** Contribution théorique et modélisation des phénomènes instantanés dans les opérations d'autovaporisation et de déshydratation. Thèse doctorat, Université de la Rochelle, France, 221p.
- Alain L. et Roudot C., 2001.** Rhéologie et analyse de texture des aliments. Compagns Francaise (Ed). Paris, 152p.
- Al-Harashsheh M., Al-Muhtaseb A.H. et Mageec T.R.A., 2009.** Microwave drying kinetics of tomato pomace: Effect of osmotic dehydration. *Chemical Engineering and Processing : Process Intensification*, 48(2) : 524-531.
- Anderson O.M. et Jordheim M., 2006.** The anthocyanins. In Anderson O. M., Markham, K. R. (Ed.), *Flavonoids: Chemistry, Biochemistry and Applications* (pp. 472-551). Boca Raton, FL: CRC Press.
- Anizon J.Y., Lemaire B. et Surbled M., 2003.** Extraction assistée par micro-ondes, *Techniques de l'ingénieur*, F3060.

Aremu M.O., Jaofe O. et Akintayo E.T., 2007. Functional properties of some Nigerian varieties of legume seed flours and flour concentration effect on foaming and gelation properties. *Journal Food Technology*, **5** (2):109-111.

Arnous A., Makris, D. et Kefalas D., 2000. Effect of Principal Polyphenolic Components in Relation to Antioxidant Characteristics of Aged Red Wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **4**:5736-5742.

Arrese C.A., Hart N.S., Thomas N., Beazley L.D. et Shand J., 2002. Trichromacy in Australian marsupials. *Current biology*, **12**:657–660.

Arslan D. et Özcan M.M., 2010. Menges, Energy Conversion and Management. *Food Science and Technology*, **43** :1121-1127

Asami D.K., Hong Y.J., Barrett D.M. et Mitchell A.E., 2003. Comparison of the total phenolic and ascorbic acid content of freeze-dried and air-dried marionberry, strawberry, and corn grown using conventional, organic, and sustainable agricultural practices. *Journal of agricultural food chemistry*, **51**: 1237-1241.

Ashutosh S., Kebba S., Stan K., Danielle J. Donnelly L., Yvan K. et Valérie O., 2011. Microwave-Assisted Extraction of Phenolic Antioxidants from Potato Peels. *Molecules*, **16**:2218-2232.

Audigie C., Figarella J. et Zonszain F., 1978. Manipulation d'analyse biochimique. Doin (Ed). Paris, 247p.

Ayaz F. A. et Bertoft E., 2001. Sugar and Phenolic Acid Composition of Stored Commercial Oleaster Fruits. *Journal of agricultural food chemistry*, **14**:505-511.

Ayaz F.A., Kadioglu A. et Reunanen M., 1997. Changes in phenolic acid contents of *Diospyros lotus* L. during fruit development. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **45**: 2539-2541.

Ayez F. A., Kadioglu A. et Dogu A., 1999, Soluble Sugar Composition of *Elaeagnus angustifolia* L. Var. *orientalis* (L.) Kuntze (Russian olive) Fruits. *Journal of botany*, **23**: 349-354

Aziz A.A., Edwards C.A., Lean M.E. et Crozier A., 1998. Absorption and excretion of conjugated flavonols, including quercetin-4'-O- β -glucoside and isorhamnetin-4'-O- β -glucoside by human volunteers after the consumption of onions. *Free Radical Research*, **29**: 257-269.

Baba Aissa F., 1999. Les plantes médicinales en Algérie. Bouchène et Addiwen (Ed). Alger, 181p.

Bahri-Sahloul R., Ammar S., Grec S. et Harzallah-Skhiri F., 2009. Chemical characterisation of *Crataegus azarolus* L. fruit from 14 genotypes found in Tunisia. *Journal of Horticultural Science and Biotechnology*, **84** :23–28.

Bailly L.H., 1914. Standard cyclopaedia of horticulture. Macmillan Co. London. Uk. 12350p.

Baytop T., 1984, Türkiye de bitkiler ile Tedavi (Geçmişte ve Bugün). Ecz. Fak, 260p.

Bekker N.P. et Glushenkova A.I., 2001.Components of certain species of the Elaeagnaceae family.*Chemistry of Natural Compounds*, 37(2):97-116.

Belkhir M., Rebai O., Dhaouadi K., Sioud B., Amri M et Fattouch S.,2014.Comparative analysis of Tunisian wild *Crataegus azarolus* (yellow azarole) and *Crataegus monogyna* (red azarole) leaf, fruit, and traditionally derived syrup: phenolic profiles and antioxidant and antimicrobial activities of the aqueous-acetone extracts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(40): 9594-9601.

Belkhir M., Rebai O., Dhaouadi K., Sioud B., Amri M et Fattouch S.,2013. Antioxidant and Antimicrobial Activities of Tunisian Azarole (*Crataegus Azarolus* L.) Leaves and Fruit Pulp/Peel Polyphenolic Extracts,*International Journal of Food Properties*,16: 1380-1393.

Bellini E. et Giordani E., 1998. Conservation, evaluation, exploitation and collection of Minor Fruit Tree Species.Horticulture Departement.University of Florence.Italie.

Bender D.A., 2003.Nutritional biochemistry of the vitamins.Second edition.Review Cambridge.London, 514p.

Benítez V., Cantera S., Aguilera Y., Mollá E., Esteban R. M., Díaz M. F. et Martín-Cabrejas M. A., 2013."Impact of germination on starch, dietary fiber and physicochemical properties in non-conventional legumes.*Food Research International*, 50(1): 64-69.

Benzie I.F. F.et Strain, J.J., 1996. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a mesure of antioxidant power : The FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, (239): 70-76

Bernard P., 1975. La lyophilisation dans les industries alimentaires. Compagnes Francaise (Ed).Paris, 152p.

Berteaud A.J.et Delmotte M., 1993. Les micro-ondes: de la cuisine à l'industrie. *La Recherche*, 24: 286-294.

Berthod A., Billardello B.et Geoffroy S., 1999.Polyphenols in countercurrent chromatography.An example of large scale separation1.*Analisis.EDP Sciences,Wiley-VCH*, 27 :750-757.**Beta T., Nam S., Dexter J.E.et Sapirstein H.D., 2005.** Phenolic Content and Antioxidant Activity of Pearled Wheat and Roller-Milled Fractions. *Cereal Chemsitry*, 82(4): 390–393.

Bhadoriya U., Tiwari S., Mourya M.et Ghule S., 2011.Microwave-assisted Extraction of Flavonoids from *Zanthoxylum Budrunga* W. Optimization of Extraction Process, *Asian Journal of Pharmacy and Life Science*, 1:81–6.

Bhatia N.et Agarwal R., 2001. Detrimental effect of cancer preventive phytochemicals silmarin, genistein and epigallocatechin 3-galleate on epigenetic events in human postate carcinoma DU145 cells. *The Prostate*, 46(2): 98.

Bignami C., Polocci M. et Scossa A., 2003.Preliminary evaluation of nutritional and medicinal components of *Crataegus azarolus* fruits, *acta horticultura*, (597): 95–100.

Bimbenet J. J.et Bonazzi C., 2003. Séchage des produits alimentaires. Principes. *Revue de Technique de l'ingénieur. Agroalimentaire*, n° F3000: 1- 14.

Bimbenet J.J., 1984. Le séchage dans les industries agricoles et alimentaires.SPAIC. (Ed). Paris, 31 p.

Bimbenet J.J., Bonazzi C. et Dumoulin E., 2002. Séchage, cuisson, cuisson-extrusion. In : **Bimbenet J.J et Duquenoy A.,Trystram G** (Eds). Génie des procédés alimentaires. Dunod(Ed), Paris, 391- 426.

Bloued A., 2003. Plantes médicinales de l'Algérie. Département de botanique INA.OPU. Alger, 227p.

Bonnier G.etDelayens S., 1970. Flore complète de la France, de la suisse et de la Belgique. Librairie générale de l'enseignement. Paris. IMP COORY, 600p.

Booth N.L., Dejan N., Richard B.et Stoci E., 2004. New lanthanide complexes of 4 methyl 7 hydroxy coumarin and their pharmacological activity.Clinical Pharmacology and Therapeutics, 345p.

Bouayed J., Piri K, Rammal H., Dicko A., Desor F.et Younos C., Soulimani R., 2007.Comparative evaluation of the antioxidant potential of some Iranian medicinal plants.*Food Chemistry*,104:364–368.

Boudy., 1951.Guide du forestier en Afrique du Nord. larose(Ed). Paris.386p.

Bourgeois C.F., 2003, les vitamines dans l'industrie agroalimentaire. Tech&Doc(Ed) .Paris, 732p.

Boussard R.et Cuisance P.,1984. Arbres et arbustes d'ornement des régions tempérées et méditerranéennes. Tec& Doc (Ed). Paris, 600p.

Boye J., Aksay S., Roufik S., Ribéreau S., MondorM., Farnworth E.et Rajamohamed S., 2010. Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques.*Food Research International*, 43(2):537-546.

Brand-Williams W., Cuvelier M. et Berset C., 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant capacity.*Journal Food Science and Technology*, 28: 25–30.

Brosse J., 2000. Larousse des arbres et des arbustes. Larousse (Ed). Canada, 576p.

Brothers L., 1917. Crataegus. No. XI.Cincinnati, Ohio.pp:2-7.

Burrington K.J., 1998.Winning wheys.*Prepared Foods*, 167(7): 83-89.

Burton G.W., Traber M.G.et Acuff R.V., 1998.Human plasma and tissue alpha-tocopherol concentrationsin response to supplementation with deuterated natural and synthetic vitamin E. *Journal Clinique Nutrition*. 67 :669-684.

Cacace J.E. et Mazza, G., 2003.Optimization of extraction of anthocyanins from black currants with aqueous ethanol.*Journal of Food Science*, 68: 240-248.

Cano-Chauca M., Stringheta P., Ramos A. et Cal-Vidal J., 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative food science emerging technologies*, 6(4):420–428.

Cansev A., Sahan Y., Celik G., Taskesen S. et Ozbey H., 2011. Chemical properties and antioxidant capacity of *Elaeagnus angustifolia* L fruits. *Asian Journal of Chemistry*, 23:2661–2665.

Carty J.L., Bevan R. et Waller H., 2000. The effects of vitamin C supplementation on protein oxidation in healthy volunteers. *Biochemistry Biophysical Research*, 273:729-735.

Chan E.W.C., Li Y.Y., Wong S.K., Lim K.K., Tan S.P., Lianto F.S. et Yong M.Y., 2009. Effects of different drying methods on the antioxidant properties of leaves and tea of ginger species. *Food Chemistry*, (113): 166-172.

Chan E.W.C., Lim Y.Y., Wong L.F., Lianto F.S., Wong S.K., Lim K.K. et Lim, T.Y., 2008. Antioxidant and tyrosinase inhibition properties of leaves and rhizomes of ginger species. *Food Chemistry*, 109 : 477–483.

Chan, E.W.C., Lim, Y.Y., Wong, S.K., Lim, K.K., Tan, S.P., Lianto, F.S. et Yong, M.Y., 2009. Effects of different drying methods on the antioxidant properties of leaves and tea of ginger species. *Food Chemistry*, 113 :166–172

Chang Q., Zuo Z., Chow M.S.S. et Ho W.K.K., 2006. Effect of storage temperature on phenolics stability in hawthorn (*Crataegus pinnatifida* var. Major) fruits and a hawthorn drink. *Food Chemistry*, 98: 426-430.

Charreau A. et Cavallé R., 2003. Séchage théorie et calculs. *Revue de Techniques de l'ingénieur. Génie de procédé*, n° J2480: 1-22.

Chau C. et Cheung P., 1998. Functional properties of flours prepared from three Chinese indigenous legume seeds. *Food Chemistry*, 61(4): 429-433.

Cheftel J.C., Cheftel J. et Besancon P., 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments volume 2. Lavoisier (Ed). Paris, 420 p.

Cheftel J.C., Cuq J.L. et Lorient D., 1985. Amino acids, peptides and proteins. *Food Chemistry*, 245-369.

Chekroune M., 2009. Étude comparative de deux techniques de séchage (convection et micro-onde) par application des plans d'expérience cas de fruit de datte. Thèse de magister, Boumerdes, 127 p.

Cho J., Sullards M.C. et Olzmann J.A., 2006. Oxidative damage of DJ-1 is linked to sporadic Parkinson and Alzheimer disease. *Journal of Biological Chemistry*, 10:816–24.

Chua L.S., 2013. « A review on plant-based rutin extraction methods and its pharmacological activities ». *Journal of Ethnopharmacology*, 150 (3): 805-817.

Chun O.K., Kim D.O., Smith N., Schroeder D., Han J.T. et Lee C.Y., 2005. Daily consumption of phenolics and total antioxidant capacity from fruit and vegetables in the American diet. *Journal of the science of Food and Agriculture*, 85:1715-1724.

Cloutour F., 1995. Caractéristiques de fibres alimentaires: influence sur la fermentation in vitro par la flore digestive alimentaire. Thèse de doctorat, Université de Nantes, 123 p.

Cody V., Middleton, E. et Harborne J.B., 1988. Plant flavonoids in biology and medicine. II: Biochemical, cellular and medicinal properties. New York: Alan R. Liss, Inc.

Coffman C. W. et Garcia V. V., 1977. Functional properties and amino acids content of protein isolate from mungo bean flour. *Journal food technology*, 12, 473p.

Colin-Henrion M.C., 2008. De la pomme à la pomme transformée : Impact du procédé sur deux composés d'intérêt nutritionnel. Thèse de Doctorat. Université d'Angers, 255p.

Combes P.F., 1995. Micro-ondes, lignes, guides et cavités, cours et exercices. 2me cycle universitaire. Écoles d'ingénieur, 363p.

Constant T., 1992. Le séchage combiné convection-micro-ondes: modélisation-validation-optimisation. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine. Nancy, France, 158 p.

Corbin D., Bourad P., Charon Y., Michaut L., Ruetschmannvades S. et Veron G., 1992. Le guide : Traite pratique du jardinage. Clause jardin (Ed). Paris, 854p.

Corsin P., 2003. Flores universelles. La grande encyclopedia de la nature. Volume 5 Edition renecentre. Lausanne, 1383 p.

Couplan F., 2000. Dictionnaire étymologie de botanique de la chaux et Niestlé S.A. luisane (switzerland). Paris, 238p.

Cowan M.M., 1999. Plant Products as Antimicrobial Agents. *Clinical Microbiology Reviews*, 12 (4):564–582.

Craig W., 1996. Phytochemicals: Guardians of our health. *Vegetarian Dietetics*, 5(3): 6-8.

Crapiste G.H., 2000. Simulation of drying rates and quality changes during the dehydration of food stuffs. In Trends in Food Engineering, Eds. J.E. Lozano et al. Lancaster, PA: Technomic Publishing Company, 768p.

Cravotto G., Boffa L., Mantegna S., Perego P., Avogadro M. et Cintas P., 2008. Improved extraction of vegetable oils under high-intensity ultrasound and/or microwaves. *Ultrason. Sonochemistry*, 15 (5):898–902.

Croxtan P.J. et Sparks T.H., 2002. A farmscale evaluation of the influence of hedgerow cutting frequency on hawthorn (*Crataegus monogyna*) berry yields. *Agriculture, Ecosystems and Environment*, 93: 437–439.

Cuissance P., 1981. Arboriculture ornementale. J.B. Bailière (Ed). Paris, 250p.

Cuvelier C., Dotreppe O. et Istasse L., 2003. Chimie, sources alimentaires et dosage de la vitamine. *Annals Médecine Vétérinaire*, 147:315-324.

Dacosta E., 2003. Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta (Ed). Paris, 317p.

Dagorn-Scaviner C., Gueguen J. et Lefebvre J., 1987. Emulsifying properties of pea globulins as related to their adsorption behaviours. *Journal of Food Science*, 52(2): 335-341.

Dale KB., Okos MR., Nelson PE., 1984. Concentration of tomato products: analysis of energy saving process alternatives. *Journal Food Sciences*, 47:1853-1858.

Davalos A., Bartolomé B., Gomez-Cordovés C., 2005, Antioxidant properties of commercial grape juices and vinegars. *Food Chemistry*, 93: 325–330.

Decareau R.V., 1985. Microwaves in the Food Processing Industry. New York: Academic Press, Inc.

Degenring F.H., Suter A., Weber M. et Saller R., 2003. A randomised double blind placebo controlled clinical trial of standardised extract of fresh Crataegus berries in the treatment of patients with congestive heart failure NYHA II. *Phytomedicine*, 10: 363-369.

Delattre J., Beaudeau J. et Bonnefont-Rousselot D., 2005. Radicaux libres et stress oxydant. Aspects biologiques et pathologiques. Éditions Médicales internationales.

Desai M., Parikh J. et Parikh P.A., 2010. Extraction of natural products using microwaves as a heat source. *separation & purification reviews*, 39: 1-32.

Dewanto V., Wu X., Ado K. et Liu, R.H., 2002. Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 3010–3014.

Deymié B., 1974. Technique d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaire. lavoisier Tec&Doc (Ed). Vol 4. Paris, 988p.

Diane M., Barrett L. Somogyi., Hosahalli S.R., 2005. *Processing Fruits: Science and Technology*, Second Edition, CRC Press, 840p.

Donno D., Mellano M.G., Prgommet Ž., Cerutti D. et Becaro G I., 2017. Phytochemical characterization and antioxidant activity evaluation of Mediterranean medlar fruit (*Crataegus azarolus* L.): Preliminary study of underutilized genetic resources as a potential source of health-promoting compound for food supplements. *Journal of Food and Nutrition Research*, 1(56):18–31.

DSA, 2017. Distribution de l'Olivier de Bohème dans la wilaya de Batna, in press.

Du F.Y., Xiao X.H., Luo X.J. et Li G.K., 2009. Application of Ionic Liquids in the Microwave Assisted Extraction of Polyphenolic Compounds from Medicinal Plants. *Talanta*, 78: 1177-84.

Durling N.E., Catchpole O.J., Grey J.B., Webby R.F., Mitchell K.A., Foo L.Y. et Perry N.B., 2007. Extraction of phenolics and essential oil from dried sage (*Salvia officinalis*) using ethanol-water mixtures. *Food Chemistry*, 101: 1417–1424.

Dutra R.C., Leite M.N. et Barbosa N.R., 2008. Quantification of Phenolic Constituents and Antioxidant Activity of *Pterodon emarginatus* Vogel Seeds. *International Journal of Molecular Sciences*, 9: 606-614.

Dwivedy S., Rayaguru K.et Sahoo G. R., 2012.Effect of drying methods on quality characteristics of medicinal Indian.Borage leaves. *Journal Food processTechnology* 3.

Dzhangaliev A.D., Salova T.N.et Turekhanova P.M., 2003 .The Wild Fruit and Nut Plants of Kazakhstan. *Horticultural Reviews*, Volume 29, Jules Janick Kazakhstan, 306p.

Edward F.G.et Dennis R., 1993. *Elaeagnus angustifolia* Russian Olive series of the environment horticulture department. *Florida*, 56-75

Egizabal A., Zuloaga O., Extebarria N., Fernandez L.A.et Madariaga J., 1998.Comparison of microwave-assisted extraction and Soxhlet extraction for phenols in soil samples using experimental designs. *Analyst*, 123: 1679-1684.

El kalamouni C., 2010. Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi -Pyrénées. Thèse Pour l'obtention duDocteur en Sciences des Agroressources., Université De Toulouse, 270 p.

Elias T.S., 1980. The complete trees of North America: field guide and natural history.van no stand Reinhold. New York, 948p.

Elkhalifa A.E.O.et Bernhardt R., 2010.Influence of grain germination on functional properties of sorghum flour.*Food chemistry*, **121**(2): 387-392.

Errington N., Tucker GA.et Mitchell JR., 1998. Effect of genetic down-regulation of polygalacturonase and pectin esterase activity on rheology and composition of tomato juice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 76: 515-519.

Eskilsson C.S.et Bjorklund E., 2000.“Analytical-Scale Microwave-Assisted Extraction. *Journal of Chromatography A*, 902(1): 227-250.

Esquenazi D., Wigg M.D., Miranda M.M.F.S., Rodrigues H.M., Tostes J.B.F.et Rozental, S., 2002.Antimicrobial and antiviral activities of polyphenolics from *Cocos nucifera* Linn(Palmae) huskfiber extract. *Research Microbiology*,53:647-652.

Farooq Z.et Boye J.I., 2011.Novel food and industrial applications of pulse flours and fractions-11.

Fattouch S., Caboni P., Coreneo V., Tubereso C., Angioni A., Dessi S., Marzouki N.et Cabras P., 2007. Antimicrobial activity of Tunisian quince (*Cydonia Oblonga miller*) pulp and peel phenolic extracts, *Journal of Agricultural and food chemistry*, 55:963-969

Fellows P., 2000.Food processing technology.Principles and Practice.Woodhead Publishing Limited Abington Hall(Ed), Cambridge CB1 6AH, CRC Press LLC(Ed). Abington, England, : 342-354.

Femenia A., Garcyá-Pascual P., Simal S.et Rossello C., 2003. Effects of heat treatment and dehydration on bioactive polysaccharide acemannan and cell wall polymers from Aloe barbadensis Miller *Carbohydrate Polymers*, 51: 397–405 .

Femenia, A., Lefebvre, C., Thebaudin, Y., Roberston, J. et Bourgeois, C., 1997. Physical and sensory properties of model foods supplemented with cauliflower fiber. *Journal of Food Science*. 62(4), 635-639.

Fennema R.O., 1996. Food Chemistry, (3ième édition). Marcel Dekker, Inc. New York. Basel. Hong Kong. : 365-369.

Ferhat M.A., Meklati B.Y. et Chemat F., 2007. Comparison of different isolation methods of essential oil from citrus fruits: Cold pressing, hydrodistillation and microwave dry distillation. *Flavour and Fragrance Journal*, 22: 494-504.

Ferhat R., 2008. Étude de la fraction lipidique et la composition en acides gras des fruits de: *Celtis australis L., Crataegus azarolus L., Crataegus monogyna Jacq., Elaeagnus angustifolia L* et *Ziziphus lotus L.* Mémoire de Magister. Université El Hadj-Lakhder. Batna, 102p.

Fernandez-Kim S.O., 2004. Physicochemical and functional properties Of craw fish chitosan as affected by different Processing protocols. Master thesis, Seoul National University, 99 p.

Ferreira D., Guyot S., Marnet N., Delgadillo I., Renard C.M. et Coimbra M.A., 2002. Composition of phenolic compounds in a Portuguese pear (*Pyrus communis L.* var. S. Bartolomeu) and changes after sun-drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 4537-4544.

Fournier P., 1952. Arbres, arbustes et fleurs de pleine terre. Tome 2. Dicotylédones .Paul Le Chevalier. Paris, 549p.

Galle T., 2005. Gale encyclopedia of alternative medicine .Second edition.64 Volumes, 229p.

Gamlin L., 1993. Les arbres guide de terrain. Grund.Espagne, 137p.

Garau MC., Simal S., Femenia A. et Rosselló C., 2006. Drying of orange skin: drying kinetics modelling and functional properties. *Journal of Food Engineering*, 75: 288-295.

Gastrman J., 1993. Arbustes d'ornements. Grund.Espagne, 223p.

Georgé S., Brat P., Alter P. et Amiot J.M., 2005. Rapid determination of polyphénols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and food chemistry*, 53: 1370-1373.

Gérard G. et Aymoin., 1993. Guide des arbres et arbustes. Sélection du Reader's Digest (Ed). Paris, 351p.

Gertenbach D.D., 2001. Solid-Liquid Extraction Technologies for Manufacturing Nutraceuticals from Botanicals. pp: 331-366. In: J. Shi, G. Mazza and M. Le Maguer (Eds.), Functional Foods: Biochemical and Processing Aspects. Vol 2. CRC Press Inc. Boca Raton, FL.

Gfrerer M. et Lankmayr E., 2005. Screening, optimization and validation of microwave-assisted extraction for the determination of persistent organochlorine pesticides. *Analytica Chimica Acta*, 533: 203-211.

Ghorbani Gorji E., Mohammadifar., M.A.et Ezzatpanah H., 2011.*Influence of gum tragacanth, Astragalus gossypinus*, addition on stability of nonfat Doogh, an Iranian fermented milk drink. *Journal Dairy Technology*, 64: 262–368.

Gil-Izquierdo A., Gil M. I.et Ferreres F., 2002. Effect of processing techniques at industrial scale on orange juice antioxidant and beneficial health compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 5107-5114.

Giorgio V., Gallotta A.et Losciale P., 2004, Identification and bio agronomical study of seven biotypes of Azarole (L.).Department of Plant Production Science Bari University and Department of Fruit Tree and Woody Plant Science Bologna University.Bologna, 112p.

Gloaguen J.C., 1982. Connaître et reconnaître les arbres et les arbustes des forets et des compagnes. Ed Ouest France Rennes, 220p.

Goncharova N., Glushenkova A ., Khim P., 1990. Lipids of oleaster fruits.*Soedin*, 1:17–21.

Gonzalez-Montelongo R.M., Gloria Lobo G.et Gonzalez M., 2010. The effect of extraction temperature, time and number of steps on the antioxidant capacity of methanolic banana peel extracts. *Separation and Purification Technology* ,71: 347–355.

Graham D.E.et Philips M.C., 1976.The conformation of proteins at the air-water interface and their role in stabilizing foam. In Akers, R.J. (Ed.) New York: Academic Press. Foams, 237-255.

Graham D.E.et Phillips M.C., 1980.The conformation of proteins at air-water interface and their role in stabilizing foam. London: Academic.

Graham H.N., 1992. Green tea composition, consumption, and polyphenol chemistry.*Preventive Medicine*, 21:334–350.

Gregory J.F., 1996. Vitamins, In Food Chemistry, ed. by O.R. Fennema (Marcel Dekker, Inc, New York, pp531–616.

Grieve A., 2003. A Modern Herbal. Vol 1.Jonathan (Ed). Graet Britain, 566p.

Grigeldo-Miguel N.et Martin-Belloso O., 1999. Characterization of dietary fibre from orange juice extraction. *Food Research*, 31:355–361.

Guguen J., Lefebvre J.et Dagorn-Scaviner C., 1988.Propriétés d'adsorption des globulines de pois et propriétés émulsifiantes. Les cahiers de l'ENSBANA, 6: 105-117.

Guignard J.L., 2000. Biochimie végétale.Dunod(Ed). Paris, 27p

Gümüşay O.A., Borazan, A.A., Erc A.et Demirkol O., 2015.Drying effects on the antioxidant properties of tomatoes and ginger, *Food Chemistry*, 46(14):1551-1559.

Gutierrez Alvarez L.F., 2007. Extraction et caractéristiques des huiles de l'argousier (*Hippophaë rhamnoides L.*). Une étude des effets de la méthode de déshydratation des fruits sur le rendement d'extraction et la qualité des huiles. Grade en Maître ès sciences. Université.Laval, Québec, Canada, 100p.

Guy L., Lorient D., 2004. Biochimie agro-industrielle valorisation alimentaire de la production agricole. Masson(Ed). Paris Milan Barcelone, 94p.

Guyot S., Marnet N., Sanoner P.et Drilleau J.F., 2003. Variability of the polyphenolic composition of cider apple (*Malus domestica*) fruits and juices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 6240-6247.

Hadi M., 2004. La quercétine et ses dérivés: molécules à caractère pro- oxydant ou capteurs de radicaux libres; études et applications thérapeutiques. Thèse Présentée en vue de l'obtention du grade de Docteur en Sciences de l'Université Louis Pasteur Domaine : Pharmacochimie, 155p.

Hale A.L., 2003. Screening Potato Genotypes for Antioxidant Activity, Identification of the Responsible Compounds, and Differentiating Russet Norkotah Strains Using Aflp and Microsatellite Marker Analysis. Office of Graduate Studies of Texas A&M University. Genetics, 260p.

Hammerstone J.F., Lazarus S.A.et Schmitz, H.H., 2000. Procyanidin content and variation in some commonly consumed foods. *Journal of Nutrition*, 130: 2086–2091.

Hanna I., 2002. Optimisation des conditions de séchage pour la maîtrise de qualité de *l'Origanum syriacum*(online). Mémoire de Diplôme d'Étude Approfondi : Institut de Recherches Agronomiques de Liban, 63 p.

Hanna P., Naim M., Rouseff R. L.et Zehavi U., 1991. Distribution of bound and free phenolic acids in oranges (*Citrus sinensis*) and grapefruits (*Citrus paradisi*). *Journal of Science of Food and Agriculture*, 57: 417-426.

Hara Y., 2001 . Green Tea: Health Benefit and Applications ; Marcel Dekker, Inc: New York.

Hayat K., Hussain S., Abbas S., Farooq U., Ding B., Xia S., Jia C., Zhang X.et Xia W., 2009. Optimized Microwave-assisted Extraction of Phenolic Acids from Citrus Mandarin Peels and Evaluation of Antioxidant Activity in Vitro. *Separation and Purification Technology*, 7: 63-70.

Hertog M.G.L., Hollman P.C.H., Katan M.B.et Kromhout D., 1993. Intake of potentially anticarcinogenic flavonoids and their determinants in adults in The Netherlands. *Nutrition and Cancer*, 20:21-29.

Hill J.M., 1996. Modelling microwave heating. *Mathematical modeling*, 20:3-15.

Hong N., Yaylayan V.A., Raghavan G.S.V., Pare J.R.J.et Belanger J.M.R., 2001. Microwave-assisted Extraction of Phenolic Compounds from Grape Seed. *Natural Product Letters*, 15: 197-204.

Hung P.V.et Duy T.L., 2012. Effects of drying methods on bioactive compounds of vegetables and correlation between bioactive compounds and their antioxidants. *Food Research Journal*, 19: 327-332.

Hutton C.W.et Champpele A.M., 1981. Water and fat absorption. In: Cherry JP, editor. Protein Functionality in Foods. Washington, *Am Chem Soc*, 177-200.

Igual M., García-Martínez E., Martín-Esparza M. et Martínez-Navarrete N., 2012. Effect of processing on the drying kinetics and functional value of dried apricot. *Food Research*, 47:284–290.

Inami O., Tamura I., Kikuzaki H. et Nakatani N., 1996. Stability of anthocyanins of *Sambucus canadensis* and *Sambucus nigra*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44: 3090–3096.

Iserin P., 2001. Larousse encyclopédie des plantes médicinales. 2^{ème} édition. VUEF, 335p.

Jacamon M., 1992. Guide de dendrologie. Engeef (Ed). Nancy, 174p.

Jacob K., Garcia-Alonso F.J., Ros G. et Periago M.J., 2010. Stability of carotenoids, phenolic compound, ascorbic acid and antioxidant capacity of tomatoes during thermal processing. *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, 60 (2): 192-198.

Jawad A. et Langrish T.A.G., 2012. Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction. *Journal Food Engineering*, 109: 162–174.

Ji H.F., Du A.L., Zhang L.W., Xu C.Y., Yang M.D. et Li F.F., 2012. Effects of drying methods on antioxidant properties in *Robinia pseudoacacia* L. flowers, Full Length Research Paper, *Journal of Medicinal Plants Research*, 6(16):3233-3239.

Jitoe A., Masuda T., Tengah I.G.P., Suprpta D.N., Gara I.W. et Nakatani N., 1992. Antioxidant activity of tropical ginger extracts and analysis of the contained curcuminoids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40: 1337-1340.

Journal d'Agriculture Tropicale et de Botanique Appliquée, 1958. Les méthodes d'enquête en ethnobotanique: Comment mettre en évidence les taxonomies indigènes. Paris. 15(7-8), pp 297-324.

Ju Z.Y. et Howard L.R., 2003. Effects of solvent and temperature on pressurized liquid extraction of anthocyanins and total phenolics from dried red grape skin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 5207–5213.

Kamal-Eldin A., Appelqvist L.A., 1996. The chemistry and antioxidant properties of tocopherols and tocotrienols. *Lipids*, 31: 671–701.

Karabulut I., Topcu A., Duran, A., Turan S. et Dzturk B., 2007. Effect of hot air drying and sun drying on color values and b-carotene content of apricot (*Prunus armenica* L.). *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, 40(5) :753-758.

Kasuga A., Aoyagi Y. et Sugahara T., 1988. Antioxidant activities of edible plants. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, 35: 828-834.

Kaufmann B., Christen P. et Veuthey J. L., 2001. Parameters affecting microwave-assisted extraction of withanolides. *Phytochemical Analysis*, 12: 327-331.

Kaushal P., Kumar V. et Sharma H.K., 2012. Comparative study of physico-chemical, functional, anti-nutritional and pasting properties of taro (*Colocasia esculenta*), rice (*Oryza*

sativa), pigeon pea (*Cajanus cajan*) flour and their blends. *LWT-Food Sciences Technologie*, 48:59–68

Kaymak-Ertekin F., 2002. Drying and rehydrating kinetics of green and red peppers. *Journal of Food Science*, 67(1) :168–175.

Keller T.et Schwager H., 1977. Air pollution and ascorbic acid. *European Journal of Forest Pathology*, 7(6): 338-350

Ken F., 2000. Notes from observations, tasting etc at Plants For a Future and field trips.

Ker'y A., Twaij A.A., Al-Jebory H. Et Saber H.S., 1987. *Crataegus azarolus* Linn. Pharmacology and phytochemistry. Part II: Phytochemistry. *Journal Biologie Sciences Research*, 18: 127-142.

Khazaei J., Chegini G., Bakhshiani M., 2008. A novel alternative method for modelling the effect of air dry temperature and slice thickness on quality and drying kinetics of tomato slices: Superposition technique. *Drying Technology*, 26:759-775.

Kim D.O., Jeong S.W., Lee C.Y., 2003. Antioxidant capacity of phenolic phytochemicals from various cultivars of plums. *Food Chemistry*, 81: 321–326.

Kim H.J.et Lee J.H., 2009. Physicochemical properties of *Salicornia* Herbacea powder as influenced by drying methods. *Food Engineering*, 13: 105-109.

Kim H.R., Seog E.J., Lee J.H.et Rhim J.W., 2007. Physicochemical properties of onion powder as influenced by drying methods. *Food Science & Nutrition*, 36: 342-347.

Kim H.S., Han M.R., Chang M.J.et Kim M.H., 2008. Study of browning and caking reduction techniques in onion powder. *Food Eng*, 12: 269-274.

Kinsella, J.E., 1982. Relationships between Structural and Functional Properties of Food Proteins. In *Food Protein*; Fox, P.F., Condon, J.J., Eds.; Applied Science Publishers: London, UK, pp51–103.

Kiosseoglou V.et Paraskevopoulou A., 2011. Functional and physicochemical properties of pulse proteins-3.

Kivçak B.et Akay S., 2005. Quantitative determination of α -tocopherol in *Pistacia lentiscus*, *Pistacia lentiscus* var. chia, and *Pistacia terebinthus* by TLC-densitometry and colorimetry. *Fitoterapia*, 76:62–66.

Kjaer C., Strandberg M.et Erlandsen M., 2006. Metsulfuron spray drift reduces fruit yield of hawthorn (*Crataegus monogyna* L.). *Science of the Total Environment*, 356:228– 234.

Klima L., 2006. Chauffage des matériaux par micro-ondes. Thèse Université de La Rochelle, 345p

Klompong V., Benjakul S., Kantachote D.et Shahidi F., 2007. Antioxidative activity and functional properties of protein hydrolysate of yellow stripe trevally (*Selaroides leptolepis*) as influenced by the degree of hydrolysis and enzyme type. *Food Chemistry*, 102: 1317–1327.

Knudsen K.E.B., 2009. Dietary Fibre in Nutrition and Health of Piglets. Singh, U. Functional properties of grain legume flours. *Journal of Food Science and Technology*, 38: 191–199.

Kok L.P. et Boon M.E., 1992. Microwave Cookbook for Microscopists. (3 Ed.). Leyden: Coulomb Press.

Koyuncu T., Pinar Y. et Lule F., 2006. Convective drying characteristics of azarole red (*Crataegus monogyna* Jacq.) and yellow (*Crataegus aronia* Bosc.) fruits. *Journal of Food Engineering*, 78:1471–1475

Kulisic T., Dragovic V. et Milos M., 2006. Antioxidant Activity of Aqueous Tea Infusions Prepared from Oregano, Thyme and Wild Thyme. *Food Technology Biotechnology*, 44:485–492.

Laaman T.R., 2011. Hydrocolloids: Fifteen Practical Tips. In Hydrocolloids in Food Processing; Blackwell Publishing Ltd. and Institute of Food Technologists, Wiley-Blackwell: Oxford, UK.

Launay B., Doublier J. L. et Cuvelier G., 1986. Flow properties of aqueous solutions and dispersions of polysaccharides. Dans Functional properties of macromolecules; Mitchell J. R. et Ledward D. A., Eds.; Elsevier applied science: Londres, pp 1-77.

Lawal O.S., Lechner M.D. et M., 2008. Multi-step carboxymethylation of water yam (*Dioscorea alata*) starch: synthesis and characterization. *Journal Biology Macromology*, 42 :429-435.

Lee J., 2005. Total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants and wines by the pH Differential Method: Collaborative Study. *Journal of AOAC International*, 88(5): 1269-1278.

Lee M.J, Seog E.J. et Lee J.H., 2007. Physicochemical properties of chaga (*Inonotus obliquus*) mushroom powder as influenced by drying methods. *Journal Food Sciences Nutrition*, 12: 40-45 .

Lee S.U., Lee J.H., Choi S.H., Lee J.S., Ohnisi-Kameyama M., Kozukue N., Levin C.E. et Friedman M., 2008. Flavonoid content in fresh, home-processed, and light-exposed onions and in dehydrated commercial onion products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56: 8541-8548.

Lesica P. et Milles S., 1999. Russian–Olive invasion into cottonwood forests a long a regulated river in the north central Montata. *Canj. Bot.*, 77:1077-1088.

Li T-S.C., 2002. Eprinted from: Trends in new crops and new uses Product Development of Sea Buckthorn..J. Janick and A. Whipkey (Eds.). ASHS Press, Alexandria, VA, pp393-398.

Linden G. et Lorient D., 1994. Biochimie agro-industrielle (Valorisation alimentaire et la production agricole). Masson (Ed). Paris, 360p.

Ljubuncic P., Portnaya I., Cogan U., Azaizeh H. et Bomzon A., 2005. Antioxidant activity of *Crataegus aronia* aqueous extract used in traditional Arab medicine in Israel. *Journal of Ethnopharmacology*, 101: 153–161.

Lorient D. et Colas B., 1988. Propriétés des protéines aux interfaces : Relations avec les propriétés émulsifiantes et moussantes. Les cahiers de ENS-BANA; 6: 33-47.

Lorient D., Colas B. et Le meste M., 1988. Propriétés fonctionnelles des macromolécules alimentaires. The notebooks of the ENS.BANA.N° 6. (Ed) Tec & doc- Lavoisier.Paris, 268p.

Luang T., Fang W.S. et Willey H., 2006. Medicinal chemistry of bioactive natural products. interscienc.USA, 477p.

Lucchesi M.E., 2005. Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse d'Université de la Réunion, 178p.

Lugasi A., Hóvári J., Sági K. V. et Bíró L., 2003. The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta Biologica Szegediensis*, 47(4):119-125.

Luh BS., Sarhan M.A. et Wang Z., 1984. Pectins and fibers in processing tomatoes. *Food Technologie Australia*, 36: 70-73.

Ma Z., Boye J. I., Simpson B. K., Prasher S. O., Monpetit D. et Malcolmson L., 2011. Thermal processing effects on the functional properties and microstructure of lentil, chickpea, and pea flours. *Food Research International*, 44(8) :2534-2544.

Mafart P., 1996. Génie Industriel Alimentaire. Tome I. Les procédés physiques de la conservation. (2^{ème} Ed) Technique et Documentation. Paris, pp 5-21.

Maga J., 1978. Simple phenol and phenolic compounds in food flavor. *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 10: 323-372.

Malundo T.M.M., Shewfelt R.L. et Scott J.W., 1995. Flavor quality of fresh tomato (*Lycopersicon esculentum* Mill.) as affected by sugar and acid levels. *Postharvest Biology Technology*, 6:103-110.

Mandal V., Mohan Y. et Hemalatha S., 2007. Microwave assisted extraction: An innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *Pharmacognosy Reviews*, 1,7.

Marfak A., 2003. Radiolyse Gamma des Flavonoides. Etude de leur Reactivite avec les Radicaux Issus des Alcools : Formation de Depsides. Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Limoges. Spécialité : Biophysique, 187p.

Marie-claude M., 2004. Actifs et additifs en cosmétologie. Introd. à la dermopharmacie à la cosmétologie. Éditions T, 337 p.

Marin M. et René F., 2000. Lyophilisation. *Tech. ing., Agroaliment*, vol.F2, n F3240, F3240.1-F3240.11.

Marion D. et Doulier J. P., 2002. Agents émulsifiants. In : Malton J.L, (3^{ème} Ed). Additif et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Lavoisier, Paris, pp 427-467.

Mark S., Dan O., Gautier P. et Robineau G., 2002. History, biology, ecology, supession and revegetation of Russian Olive site (*elaegnus angustifolia L.*). *Plants Materials*, 47:1-12.

Marlène F. et Vierling E., 2007. Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. 2^{ème} éditions. Pays-Bas, 285p.

Martin G.B., 2011. L'homme et ses aliments. Initiation à la science des aliments .Les presses de l'Université l'Aval.Canada, 359 p.

Martini M., 2004. Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie, Tech&Doc(Ed).Paris,547p.

Massiot P.et Renard C.M.G.C., 1997.Composition, physico-chemical properties and enzymatic degradation of fibres prepared from different tissues of apple. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 30:800-806.

Mavlyanov S.M., Abdulladzhanova N.G., Dalimov D.N., 2003.Polyphenols from certain fruiting plants growing in Uzbekistan.*Chemistry of Natural Compounds*, 39(5): 686-688.

Maydani M., 2000. Effect of functional food ingredients: vitamin E modulation of cardiovascular diseases and immune status in the elderly. *Journal Clinique Nutrition*,71:1665-1668.

Medić- Šarić M., Jasprica I., Smolčić-Bubalo A.et Mornar A., 2004.Optimization of Chromatographic Conditions in Thin Layer Chromatography of Flavonoids and Phenolic Acids. *Croatica Chemica Acta*, 77 (2): 361-366.

Mejia-Meza E.I., Yanez J.A., Davies N.M ., Rasco B., Younce F, Remsberg C.M. et Clary C., 2008. Improving nutritional value of dried blueberries (*Vaccinium corymbosum* L.) combining microwave-vacuum, hot-air drying and freeze drying technologies. *International Journal of Food Engineering*, 4: 1-8.

Mérlène F.et Vierling E., 2001.Biochimie des aliments diététiques des sujets bien portant. Netherlands(Ed), 285p.

Messaili B., 1995. Botanique: systématique des Spermaphytes. OPU (Ed). Alger, 91p.

Metaxas A.C. et Meredith R.J., 1983. Industrial Microwave Heating. London, England: Peter Peregrinus Ltd.

Middleton E.et Kandaswami C., 1992. Effects of flavonoids on immune and inflammatory cell functions. *Biochemical Pharmacology*,43 (6): 1167-1179.

Milouane P., 2000. Le truffaut "Encyclopédie pratique illustré du jardin". Bordas (Ed). Paris, 578 p.

Mitcheh A., 1982. Tousles arbres de nos forêts. Bordas. Paris, 407p.

Molyneux P., 2004. The Use of Stable Free Radical Diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for Estimating Antioxidant Activity.Songklanakarinn. *Journal of Science and Technology*, 26 : 211-219.

Morr C.V.et Ha E.Y.W., 1993.Whey protein concentrâtes and isolâtes: processing and fonctionnal properdes. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 33(6): 431-476.

Mundi S, et Aluko R.E., 2012. Physicochemical and functional properties of kidney bean albumin and globulin protein fractions. *Food Research International*, 48: 299–306.

Mussatto S. I., Machado E.M.S., Martins S. et Teixeira J.A., 2011. Production, composition, and application of coffee and its industrial residues. *Food and Bioprocess Technology*, 4(5): 661-672.

Nantitanon W., Yotsawimonwat S. et Okonogi S., 2010, Factors influencing antioxidant activities and total phenolic content of guava leaf extract. *LWT – Food Science and Technology*; 43: 1095-1103.

Nepote V., Grosso N. R. et Guzman C. A., 2005. Optimization of extraction of phenolic antioxidants from peanut skins. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85: 33-38.

Nkhili E., Tomao V., El Hajji H., El Boustani E., Chemat F. et Dangles O., 2009. Microwave-assisted water extraction of green tea polyphenols. *Phytochemical Analysis*, 20: 408-415.

Noroozi M., Angerson W. et Lean M.E.J., 1998. Effects of flavonoids and vitamin C on oxidative DNA damage to human lymphocytes. *American Journal of Clinical Nutrition*, 67: 1210-1218.

Novelli G.P., 1997. Role of free radicals in septic shock. *Journal Physiology Pharmacology*, 48: 517- 527. *of Forest Pathology*, 7: 338-350.

Ough C.S. et Amerine M.A., 1960. Experiments with controlled fermentations. *American Journal of Enology and Viticulture*, 11: 5-14.

Ozcan M., Haciseferog H., Marakog T-M. et Arslan D., 2005. Hawthorn (*Crataegus* spp.) fruit: some physical and chemical properties. *Journal of Food Engineering*, (69): 409–413.

Panda K., Chattopadhyay R. et Ghosh M.K., 1999. Vitamin C prevents cigarette smoke induced oxidative damage of proteins and increased proteolysis. *Free Radicals Biology Medicine*, 27: 1064-1079.

Pénicaud C., Achir N., Dhuique-Mayer C., Dornier M. et Bohuon P., 2011. Degradation of β-carotene during fruit and vegetable processing or storage: reaction mechanisms and kinetic aspects: A review. *Fruits*, 66(6): 417-440.

Philips R.D., Chinnan M.S., Branch A. L., Miller J. et Watters K. A., 1998. Effects of pre-treatment on functional and nutritional properties of cowpea meal. *Journal of Food Sciences*, 153(3): 805-809.

Pieroni A., Janiak V., Dürr C. M., Lüdeke S., Trachsel E. et Heinrich M., 2002. In vitro Antioxidant Activity of Non-cultivated Vegetables of Ethnic Albanians in Southern Italy. *Phytother Research*, 16: 467–473.

Pinelo M., Arnous A. et Meyer A.S., 2006. Upgrading of grape skins: Significance of plant cell-wall structural components and extraction techniques for phenol release. *Trends in Food Science & Technology*, 17: 579-590.

Pinelo M., Del Fabbro P., Manzoc, L., Nunez, M. J.et Nicoli M. C., 2005b. Optimization of continuous phenol extraction from *Vitis vinifera* byproducts. *Food Chemistry*, 92: 109-117.

Pinelo M., Rubilar, M., Jerez, M., Sineiro J.et Nunez M. J., 2005a. Effect of solvent, temperature, and solvent to solid ratio on the total phenolic content and antiradical activity of extracts from different components of grape pomace. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 2111-2117.

Poessel J.L., 1983. Composés phénoliques et peroxydes de l'abricotier (*Prunus armeniaca L.*), Etude comparative de deux variétés (*Luzet et Canina*) en relation avec l'incompatibilité de griffage, Thèse de doctorat, phytotechnie, 182 p.

Pokorny J., 1975. Les arbrisseaux, arbustes et buissons. Marabout .Paris, 182p.

Poletti A., 1988. Fleurs et plantes médicinales. Tome 3, 52p

Poletti A., 1997. Fleurs et plantes médicinales. Delachaux et Nestlé (Ed). Paris, 191p.

Price M.L., Scoyoc S.V.et Butler L.G., 1978. A critical evaluation of the vanillin reaction as an assay for tannin in sorghum grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 26: 1214-1218.

Prior R.L., Wu X.et Schaich K., 2005. Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 4290-4302.

Proestos C.et Komaitis M., 2008. Application of Microwave-assisted Extraction to the Fast Extraction of the Plant Phenolic Compounds. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 41: 652-659.

Psotová J., Lasovský J.et Vičar J., 2003. Metal-Chelating Properties, Electrochemical Behavior, Scavenging And Cytoprotective Activities Of Six Natural Phenolics. *Biomed*, 147(2) :147–153.

Purba M., Kouris-Blazos, A., Wattanapenpaiboon, N., Lukito, W., Rothenberg, E.M., Steen, B. C.et Wahlqvist, M.L., 2001. Skin wrinkling: Can food make a difference. *Journal of the American College of Nutrition*, 20(1): 71-80.

Que F., Mao L., Fang X.et Wu T., 2008. Comparison of hot air-drying and freeze-drying on the physicochemical properties and antioxidant activities of pumpkin (*Cucurbita Moschata Duch*) flours. *Journal of Food Science and Technology*, 43:1195-1201.

Quezel P.et Santa S., 1962. Nouvelle flore de l'Algérie et régions désertiques méridionales. tome 1. Centre national de la recherche. Paris, 565p.

Rafat, H. S., Cilliard, J.et Cilliard P., 1987. Hydroxyl radical scavenging activity of flavonoids. *Phytochemistry*, 26: 2489.

Ralet M.C., 1992. Traitement des parois végétales par cuisson-extrusion. Structure des polysaccharides solubilisés et conséquences sur les propriétés physico-chimiques. Thèse de doctorat, Université de Nantes, 112 p.

- Ramarathnam N., Osawa T., Namiki M. et Kawakishi S., 1989.** Chemical studies on novel rice hull antioxidants. 2. Identification of isovitexin, a C-glycosyl flavonoid *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **37**: 316-319.
- Ratti C., 2001.** Hot air and freeze-drying of high value foods. *Food Engineering Reviews*, **49**: 311–319.
- Renard C.M.G. et Thibault J.F., 1991.** Composition and physico-chemical properties of apple fibres from fresh fruit and industrial by-products. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, **24**:523-527.
- Rice-Evans, C. A., Miller, N. J., Paganga, G., 1996.** Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Biology & Medicine*, **20**: 933.
- Rickman J.C., Bruhn, C.M. et Barrett D.M., 2007.** Nutritional Comparison of Fresh, Frozen, and Canned fruits and Vegetables II. Vitamin A and Carotenoids, Vitamin E, Minerals and Fiber. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **87**: 1185-1196.
- Robertson J.A., De Monredon F.D., Dysseler P., Guillon F., Amado R. et Thibault J. F., 2000.** Hydration properties of dietary fibre and resistant starch: a European collaborative study. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, **33**: 72-79.
- Rol R., 1965.** Flore des arbres, arbustes et arbrisseaux, Tome 4. Essences introduites .la maison Rustique. Paris, 95p.
- Romanatham G., Ran L. H. et Urs L. N., 1978.** Emulsification properties of ground nut protein. *Journal of Food Sciences*, **43**: 1270-1273.
- Roussy G. et Pearce J.A., 1995.** Foundations and Industrial Applications of Microwaves and Radio Frequency Fields. West Sussex, England: John Wiley & Sons, Ltd.
- Saadoudi M., 2008.** Etude de la fraction glucidique des fruits de : *Celtis australis L., Crataegus azarolus L., Crataegus monogyna Jacq., Elaeagnus angustifolia L et Ziziphus lotus L.* Mémoire de Magister. Université El Hadj-Lakhder, Batna, 80p.
- Sahan Y., Gocmen D., Cansev A., Celik G., Aydin D., Ayşe N., Dilek D., Dulger H. Kaplan B., Kilci A. et Gucer S., 2015.** Chemical and techno-functional properties of flours from peeled and unpeeled oleaster (*Elaeagnus angustifolia L.*). *Journal of Applied Botany and Food Quality*, **88**: 34 -41.
- Sahin S. et Sumnu S.G., 2006.** Physical Properties of Foods, New York: Springer.
- Santos P.H.S. et Silva M.A., 2008.** Retention of vitamin C in drying processes of fruits and vegetables-A review. *Drying Technology*, **26**:1421–1437.
- Sanz T., Salvador A., Jiménez A. et Fiszman S.M., 2008.** Yogurt enrichment with functional asparagus fibre: Effect of extraction method on rheological properties, color, and sensory acceptance. *European Food Research and Technology*, **227**:1515 1521.
- Sass-Kiss A, Kiss J, Milotay P, Kerek MM. et Toth-Markus M. ,2005.** Differences in anthocyanin and carotenoid content of fruits and vegetables. *Food Research International*, **38**: 1023–1029.

Sathe S.K. et Salunkhe, D.K. 1981. Functional properties of great Northern bean (*Phaseolus vulgaris* L.) Proteins: Emulsion, foaming, viscosity and gelation properties. *Journal of Food Science*, 46: 71-75.

Sathe S.K., 2002. Dry bean protein functionality. *Critical Reviews in Biotechnology*, 22(2):175-223.

Sayed A., Mubacher S., Sabir M. et Hussain S., 2005. Morphological and biochemical variations in *Elaeagnus umbellata* Thunb. from mountains of Pakistan. *Acta Botanica Croatia*, 64(1): 121-128.

Schieber A., Stintzing F.C. et Carle R., 2001. By-products of plant food processing as a source of functional compounds-recent developments. *Trends in Food Science & Technology*, 12: 401-413.

Serafini M., Ghiselli A. et Ferro-Luzzi A., 1996. In vivo antioxidant effect of green and black tea in man. *European Journal of Clinical Nutrition*, 50: 28.

Serhane K., 2005. Journée d'Etude et d'Information sur l'Azérolier. Institut de Technologie Moyen Agricole Spécialisé de Sétif.

Serratos A.P., Lopez-Toledano A., Merida J. et Medina M., 2008. Changes in color and phenolic compounds during the raisining of grape cv. Pedro Ximenez. *Journal of Agricultura and Food Chemistry*, 63: 2810-2816.

Shafroth P.B., Aublet G.T. et Scott M.L., 1995. Germination and establishment of the native plains cottonwood (*populus deltoids* Marshall subsp. *Monilifera*) and the exotic Russian Olive (*Elaeagnus angustifolia* L.). *Concer boil*, 9:1169-1175.

Shi J., Maguer M.L., Kakuda Y., Liptay A. et Niekamp F., 1999. Lycopene degradation and isomerization in tomato dehydration. *Food Research*. 32 (1):15-21.

Shi J., Nawaz H., Pohorly J., Mittal G., Kakuda Y. et Jiang, Y., 2005. Extraction of polyphenolics from plant material for functional foods-engineering and technology. *Food Reviews International*, 21: 139-166.

Simas-Tosin F.F., Barraza R.R., Petkowicz C.L.O., Silveira J.L.M., Sasaki G.L., Santos E.M.R., Gorin P.A.J. et Iacomini M., 2010. Rheological and structural characteristics of peach tree gum exudates. *Food Hydrocolloids*, 24: 486-493.

Singleton V.L., Joseph A. et Rossi J.R. 1965. Colorometry of total phenolic with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16: 144-153.

Singleton V.L. et Esau P., 1969. Phenolic Substances in Grapes and Wine, and Their Significance. New York and London: Academic Press.

Sogi D.S., Siddiq M. et Dolan K.D., 2015. Total phenolics, carotenoids and antioxidant properties of Tommy Atkin mango cubes as affected by drying techniques. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 62:564-8.

Somon E., 1985. Arbres, arbustes et arbrisseaux en Algerie. OPU (Ed). Algerie, 143p.

Speek A.J., Speek-Saichua S., Schreurs W.H.P., 1988.Total carotenoid and beta-carotene contents of Thai vegetables and the effect of processing. *Food Chemistry*, 27: 245-257.

Spigno G.et Faveri D.M., 2009.Kinetics of quality changes during frying. In *S. Sahin and S. G. Sumnu* (Eds.), *Advances in Deep-Fat Frying of Foods*. Boca Raton, FL: CRC Press.93 p.

Spigno G.et Faveri D.M., 2009. Microwave-assisted extraction of tea phenols:a phenomenological study. *Journal of Food Engineering*, 93: 210-217.

Sun Y., Liao X., Wang Z., Hu X.et Chen F., 2007. Optimization of microwave-assisted extraction of anthocyanins in red raspberries and identification of anthocyanin of extracts using high-performance liquid chromatography–mass spectrometry. *European Food Research and Technology*, 225:511–523.

Svedstroma U.,Vuorela H., Kostainenb R., Tuominend J., Kokkonene J., Rauhaa J-P., Laaksoa I.et Hiltunena R., 2002.Isolation and identification of oligomeric procyanidins from *Crataegus* leaves and flowers. *Phytochemistry*,60: 821–825.

Sztabert ZT .et Kudra T ., 1995.Cost Estimation Method for Drying .In: Mujumdar, A.S., Editor).*Handbook of Industrial Drying* .2nded. NewYork: Marcel Dekker, 1227-1240.

Tatke, P.et Jaiswal, Y., 2011. An overview of microwave assisted extraction and its applications in herbal drug research. *Res. J. Med. Plant*, 5(1):21–31.

Tezcan F., Gültekin-Özgülven M., Diken T., Özçelik B.et Erim F.B., 2009. Antioxidant activity and total phenolic, organic acid and sugar content in commercial pomegranate juices. *Food chemistry*. 115: 873-877.

Thebaudin J.Y., Lefebvre A.C., Harrington M. E.et Bourgeois C. M., 1997. Dietary fibres: nutritional and technological interest. *Trends in Food Science and Technology*, 8:41-48.

Thuery J., 1992. *Microwaves: Industrial, Scientific and Medical Applications*. Norwood, Mass. Artech House.

Tilly G., 2007. Pectine. *Techniques d'ingénieurs*. n° 5000 (4) :01-11.

Tiwari U., Cummins E., 2011."Functional and physicochemical properties of legume fibers-5.

Tosh S. M., Yada S.,2010. Dietary fibres in pulse seeds and fractions: Characterization, functional attributes, and applications. *Food Research International*, 43(2): 450-460.

Tsao R., Khanizadeh S.et Dale A., 2006. Designer fruits and vegetables with enriched phytochemicals for human health. *Canadian Journal of Plant Science*, 86: 773-786.

Tuba Ak.et Ilhami G., 2008.Antioxidant and. Radical Scavenging Properties of Curcumin. *Chemico –Biological Interactions Journal*, 174: 27-37.

UINC, 2001. Union Internationale pour la Conservation de la Nature. *Connaissance, Valorisation et Contrôle de l'Utilisation de la Flore Sauvage en Médecine Traditionnelle (Plantes Médicinales)*. Algérie, 44p.

Urbonaviciute A., Jakstas V., Kornysova O., Janulis M. et Maruska A., 2006. Cappillary electrophoretic analysis of flavonoids in single styled hawthorn (*Crataegus monogyna* Jacq) ethanolic extracts. *Journal of Chromatography A*, 11(12): 339-344.

USDA, 1974. Seeds of woody plants in the United States. USDA. *Agro.* No. 450.

Valadez-Carmona L., Cortez-García R.M., Plazola-Jacinto C.P., Necochea Mondragón H. et Ortiz-Moreno A., 2016. Effect of microwave drying and oven drying on the water activity, color, phenolic compounds content and antioxidant activity of coconut husk (*Cocos nucifera* L.). *Journal Food Sciences Technology*, 53(9): 3495–3501.

Valero DetSerrano M., 2010. Postharvest Biology and Technology for Preserving Fruit Quality, CRC Press, 270p.

Van Dersel W.R., 1939. Birds that feed on Russian –Olive. *Auk*, 56: 483-484.

Vansant G., 2004. Radicaux libres et antioxydants : principes de base. Symposium « Antioxydants et alimentation ». Institut Danone.

Vashisth T., Singh R.K. et Pegg R.B., 2011. Effects of drying on the phenolics content and antioxidant activity of muscadine pomace. *LWT – Food Science and Technology*, 44: 1649-1657.

Venkatesh M.S. et Raghavan G.S.V., 2004. An overview of microwave processing and dielectric properties of agri-food materials. *Biosystems Engineering*, 88: 1-18.

Venketeshwer A., 1966. The effect of freezing and freeze-drying on p the physico-chemical changes in north west strawberries. Rao for Ph.D in food science. Oregon state university, 147p.

Vioque J., Alaiz M. et Girón-Calle J. 2012. Nutritional and functional properties of Vicia faba protein isolates and related fractions. *Food chemistry*, 132(1): 67-72.

Vivar-Vera M.A., Salazar-Montoya J.A., Calva-Calva G. et Ramos-Ramirez E.G., 2007. Extraction, thermal stability and kinetic behavior of paeetin methylesterase from hawthorn (*Crataegus pubescens*) fruit. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 40(2): 278-284.

Wagner K.H., Derkits S., Herr M., Schuh W. et Elmadfa I ., 2002. Antioxidative potential of melanoidins isolated from a roasted glucose-glycine model. *Food Chemistry*, 78: 375–382.

Wanasundara U., Amarowicz R. et Shahidi F., 1994. Isolation and Identification of an Antioxidative Component in Canola Meal. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 42: 1285-1290.

Wang H., Cao G. H. et Prior R.L., 1996. Total antioxidant capacity of fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44: 701-705.

Wang J. et Mazza G., 2002. Effects of Anthocyanins and Other Phenolic Compounds on the Production of Tumor Necrosis Factor α in LPS/IFN- γ -Activated RAW 264.7 Macrophages. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 4183-4189.

- Wang J.X., Xiao X.H.et Li G.K., 2008.** Study of vacuum microwave-assisted extraction of polyphenolic compound and pigment from Chinese herbs. *Journal Chromatography A*, 11:45-53.
- Wojdyło A., Figiel A., Krzysztof Lech., Nowicka P.et Oszmiański J., 2014.** Effect of Convective and Vacuum–Microwave Drying on the Bioactive Compounds, Color, and Antioxidant Capacity of Sour Cherries, *Food and Bioprocess Technology*, 3(7): 829–841.
- Wrolstad R.E., Durst RW .et Lee J., 2005.** Tracking color and pigment changes in anthocyanin products. *Trends in Food Science and Technology*, 16: 423–42.
- Wu J.W., Lee M.H., Ho C.T.et Chang S.S., 1982.** Elucidation of the chemical structures of natural antioxidants isolated from rosemary. *JAOCS, Journal Oil Chemical Society*, 59:339-345.
- Xu B.J.et Chang S. K., 2007.** A comparative study on phenolic profiles and antioxidant activities of legumes as affected by extraction solvents. *Journal of Food Science*, 72: 159-166.
- Yamaguchi T., Taeko M., Rie K., Hiroko K., Fumiko M., Junji T.er Hitoshi T., 2001.** Teruyoshi, Radical-Scavenging Activity of Vegetables and the Effect of Cooking on Their Activity. *Food Science and Technology Research*, 7(3): 250-257.
- Yuting C., Rongliang, Z., Zhongjian, J.et Yong J., 1990.** Flavonoids as superoxide scavengers and antioxidants. *FRBM*, 9: 19-21.
- Zhang B., Yang R.et Liu C., 2008.** Microwave-assisted extraction of chlorogenic acid from flower buds of *Lonicera japonica* Thunb. *Separation and Purification Technology*, 62, 480–483.
- Zhang Z., Hoa K.K., Huang Y.et ChenaZhen-Y., 2006.** Hypocholesterolemic activity of hawthorn fruit is mediated by regulation of cholesterol-7 α -hydroxylase and acyl CoA: cholesterol acyltransferase. *Food Research International*, 35: 885–891.
- Zhishen J., Mengcheng T.et Jianming W., 1999.** The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. *Food Chemistry*, 64:555–559.
- Zidani S., 2008.** Influence des Techniques de séchage sur la solubilité des protéines de la levure *saccharomyces cereveceae* produite dans milieu à base de datte. Mémoire de magister de qualité et sécurité alimentaire. Batna, 122p.
- Zidani S., Alloui Lombarkia O., Boudraa S.et Saadoudi M., 2017.** Effect of Dehydration by microwave on the functional properties of the cultivated apple in Algeria, nals. *Food Science and Technology*, 18(3): 424-432.
- Zulueta A., Esteve M.J. et Frigola A., 2009.** ORAC and TEAC assays comparison to measure the antioxidant capacity of food products. *Food Chemistry* , 114 :310–316.

**ANNEXE
GAMMES ETALONS
INTERNES
DE HPLC**

=====
 Calibration Table
 =====

calibration2013

Calib. Data Modified : 5/24/2013 11:52:32 AM

Calculate : Area Percent

Rel. Reference Window : 5.000 %

Abs. Reference Window : 0.500 min

Rel. Non-ref. Window : 5.000 %

Abs. Non-ref. Window : 0.000 min

Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Uncalibrated Peaks : not reported

Partial Calibration : Yes, identified peaks are recalibrated

Correct All Ret. Times: No, only for identified peaks

Curve Type : Linear

Origin : Included

Weight : Equal

Recalibration Settings:

Average Response : Average all calibrations

Average Retention Time: Floating Average New 75%

Calibration Report Options :

Printout of recalibrations within a sequence:

Calibration Table after Recalibration

Normal Report after Recalibration

If the sequence is done with bracketing:

Results of first cycle (ending previous bracket)

Signal 1: DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off

Signal 2: DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off

Signal 3: PMP1, Solvent B

Signal 4: THM1, Temperature (Left)

Signal 5: PMP1, Pressure

Signal 6: DAD1 D, Sig=360,8 Ref=off

Signal 7: DAD1 E, Sig=520,8 Ref=off

RetTime	Lvl	Amount	Area	Amt/Area	Ref	Grp	Name
[min]	Sig	[µg/mL]					
5.200	1	9.90000e-1	35.08158	2.82199e-2			acide gallique
	2	9.90000	289.04138	3.42512e-2			
	3	19.80000	555.83478	3.56221e-2			
	4	23.76000	694.09192	3.42318e-2			
	5	39.60000	1165.63464	3.39729e-2			
	6	49.50000	1477.98108	3.34916e-2			
7.320	1	9.80000e-1	1.15968	8.45064e-1			gallo catechine
	2	1.96000	2.07393	9.45066e-1			
	3	3.92000	3.67948	1.06537			
	4	7.84000	5.65686	1.38593			
	5	11.76000	9.57432	1.22829			
	6	17.64000	15.12766	1.16608			
16.740	1	17.82000	413.76581	4.30678e-2			4-hydroxybenzoique
	2	53.46000	941.44916	5.67848e-2			
	3	106.92000	1796.35767	5.95204e-2			
	4	142.56000	2323.78442	6.13482e-2			
	5	160.38000	2662.29346	6.02413e-2			
	6	178.20000	2960.57935	6.01909e-2			
19.310	1	9.75000e-1	3.52123	2.76892e-1			epicatechine gallate
	2	2.92500	7.04480	4.15200e-1			
	3	4.87500	34.37357	1.41824e-1			
	4	24.37500	79.84236	3.05289e-1			
	5	48.75000	157.38237	3.09755e-1			
	6	97.50000	287.36395	3.39291e-1			
20.400	1	4.90000e-1	2.16873	2.25938e-1			catechine
	2	2.74400	17.05593	1.60882e-1			
	3	4.50800	31.24207	1.44293e-1			

RetTime [min]	Lvl Sig	Amount [µg/mL]	Area	Amt/Area	Ref Grp Name
		4 5.88000	38.76354	1.51689e-1	
		5 7.84000	51.60917	1.51911e-1	
		6 9.80000	61.88278	1.58364e-1	
28.795	2	1 9.80000e-1	113.86522	8.60667e-3	acide cafeique
		2 1.96000	186.50577	1.05091e-2	
		3 5.88000	304.03415	1.93399e-2	
		4 11.76000	643.98914	1.82612e-2	
		5 17.64000	935.94910	1.88472e-2	
		6 23.52000	1259.34912	1.86763e-2	
28.960	1	1 5.82000	106.64694	5.45726e-2	acide vannilique
		2 17.64000	312.00308	5.65379e-2	
		3 23.28000	409.59161	5.68371e-2	
		4 29.10000	500.35504	5.81587e-2	
		5 38.80000	685.69293	5.65851e-2	
		6 58.20000	1055.62622	5.51332e-2	
30.200	2	1 9.80000e-1	29.78815	3.28990e-2	acide chlorogenique
		2 39.20000	1003.86572	3.90490e-2	
		3 58.80000	1559.11853	3.77136e-2	
		4 78.40000	2078.94604	3.77114e-2	
		5 98.00000	2648.39990	3.70035e-2	
35.385	1	1 8.10000	136.03914	5.95417e-2	procyanidine B2
		2 13.50000	225.89175	5.97631e-2	
		3 21.60000	356.96000	6.05110e-2	
		4 27.00000	464.88205	5.80792e-2	
		5 54.00000	1068.25488	5.05497e-2	
		6 81.00000	1822.69360	4.44397e-2	
40.470	1	1 9.18000e-1	12.45390	7.37118e-2	epicatechine
		2 10.80000	86.36349	1.25053e-1	
		3 16.20000	136.36549	1.18798e-1	
		4 27.00000	222.49074	1.21353e-1	
40.767	7	1 9.90000e-1	25.01699	3.95731e-2	ideain
		2 1.98000	48.58652	4.07520e-2	
		3 2.47500	67.84444	3.64805e-2	
		4 3.96000	95.13268	4.16261e-2	
		5 4.95000	116.53178	4.24777e-2	
41.617	2	1 2.97000	722.25092	4.11214e-3	vanilline
		2 7.42500	1621.47119	4.57917e-3	
		3 14.85000	4029.11426	3.68567e-3	
		4 22.27500	6088.29687	3.65866e-3	
		5 29.70000	7491.56836	3.96446e-3	
		6 37.12500	9430.38086	3.93674e-3	
43.523	6	1 4.95000	6.95905	7.11304e-1	p-coumarique
		2 9.90000	11.88193	8.33198e-1	
		3 14.85000	25.17539	5.89862e-1	
		4 19.80000	38.88996	5.09129e-1	
		5 24.75000	51.88200	4.77044e-1	
51.826	1	1 9.80000e-1	54.00000	1.81481e-2	epigallocatechine
		2 2.94000	126.64464	2.32146e-2	
		3 4.90000	354.14000	1.38363e-2	
		4 24.50000	1306.00000	1.87596e-2	
		5 49.00000	2380.59644	2.05831e-2	
		6 98.00000	5171.37354	1.89505e-2	
51.826	2	1 4.95000	248.50746	1.99189e-2	acide ferulique
		2 9.90000	502.75247	1.96916e-2	
		3 14.85000	1020.58807	1.45504e-2	
		4 19.80000	2197.90601	9.00857e-3	
		5 24.75000	2669.31104	9.27206e-3	
53.831	1	1 9.80000e-1	22.80316	4.29765e-2	catechine gallate
		2 1.96000	32.73952	5.98665e-2	
		3 7.84000	119.53030	6.55901e-2	
		4 11.76000	186.50626	6.30542e-2	
		5 17.64000	251.68523	7.00875e-2	
		6 480.00000	1.24834e4	3.84510e-2	
54.777	1	1 9.80000e-1	13.67605	7.16581e-2	acide benzoique
		2 1.96000	53.01450	3.69710e-2	
		3 7.84000	120.93586	6.48278e-2	
		4 11.76000	195.73677	6.00807e-2	
		5 17.64000	262.21326	6.72735e-2	
54.777	6	1 4.75000e-1	23.64468	2.00891e-2	acide ellagique

RetTime [min]	Lvl Sig	Amount [µg/mL]	Area	Amt/Area	Ref Grp Name	
	2	4.75000	210.33287	2.25833e-2		
	3	9.50000	426.00824	2.23000e-2		
	4	11.40000	505.00769	2.25739e-2		
	5	19.00000	860.40771	2.20826e-2		
	6	23.75000	1028.55237	2.30907e-2		
54.888	2	1	8.82000	448.97855	1.96446e-2	acide sinapique
		2	14.70000	656.05054	2.24068e-2	
		3	29.40000	1258.40356	2.33629e-2	
		4	58.80000	3768.91772	1.56013e-2	
56.680	6	1	9.35000e-1	6.88178	1.35866e-1	hyperoside
		2	9.35100	211.12106	4.42921e-2	
		3	18.70200	508.92621	3.67480e-2	
		4	22.44200	615.44580	3.64646e-2	
		5	37.40000	1040.28625	3.59516e-2	
		6	46.75500	1055.35510	4.43026e-2	
57.168	2	1	4.95000e-1	6.22149	7.95629e-2	rutine
		2	9.90000e-1	11.83435	8.36548e-2	
		3	1.98000	22.13689	8.94435e-2	
		4	9.90000	52.34705	1.89122e-1	
57.168	6	1	5.40000	118.42183	4.55997e-2	isoquercetine
		2	16.20000	320.14124	5.06027e-2	
		3	21.60000	419.30103	5.15143e-2	
		4	27.00000	517.83813	5.21398e-2	
		5	36.00000	707.20483	5.09046e-2	
		6	54.00000	1048.52893	5.15007e-2	
60.300	1	1	2.97000e-1	32.51000	9.13565e-3	phlordzine
		2	2.97000	93.08336	3.19069e-2	
		3	5.94000	152.85728	3.88598e-2	
		4	7.82000	253.76000	3.08165e-2	
		5	11.88000	352.49000	3.37031e-2	
		6	29.70000	498.50491	5.95781e-2	
60.320	2	1	2.97000e-1	633.64453	4.68717e-4	resveratrol
		2	17.82000	1566.02563	1.13791e-2	
		3	23.76000	2032.82800	1.16882e-2	
		4	29.70000	2349.53320	1.26408e-2	
		5	39.60000	3135.73535	1.26286e-2	
		6	59.40000	4597.16162	1.29210e-2	
65.858	6	1	9.80000e-2	2.67507	3.66346e-2	quercetine
		2	9.80000e-1	32.52163	3.01338e-2	
		3	1.96000	73.88245	2.65286e-2	
		4	2.45000	93.06184	2.63266e-2	
		5	4.00000	144.98337	2.75894e-2	

More compound-specific settings:

Compound: acide cafeique
Amount Limits : Low 7.84000e-1 no High Limit

Compound: acide vannilique
Amount Limits : Low 4.65600 no High Limit

Compound: acide chlorogenique
Amount Limits : Low 7.84000e-1 no High Limit

Compound: procyanidine B2
Amount Limits : Low 6.48000 no High Limit

Compound: epicatechine
Amount Limits : Low 7.34400e-1 no High Limit

Compound: ideain
Amount Limits : Low 7.92000e-1 no High Limit

Compound: vanilline
Amount Limits : Low 2.37600 no High Limit

Compound: p-coumarique
Amount Limits : Low 3.96000 no High Limit

Compound: epigallocatechine
 Amount Limits : Low 7.84000e-1 no High Limit

Compound: acide ferulique
 Amount Limits : Low 3.96000 no High Limit

Compound: catechine gallate
 Amount Limits : Low 7.84000e-1 no High Limit

Compound: acide benzoique
 Amount Limits : Low 7.84000e-1 no High Limit

Compound: acide ellagique
 Amount Limits : Low 3.80000e-1 no High Limit

Compound: acide sinapique
 Amount Limits : Low 7.05600 no High Limit

Compound: hyperoside
 Amount Limits : Low 7.48000e-1 no High Limit

Compound: rutine
 Amount Limits : Low 3.96000e-1 no High Limit

Compound: isoquercetine
 Amount Limits : Low 4.32000 no High Limit

Compound: phlorzine
 Amount Limits : Low 2.37600e-1 no High Limit

Compound: resveratrol
 Amount Limits : Low 2.37600e-1 no High Limit

Compound: quercetine
 Amount Limits : Low 7.84000e-2 no High Limit

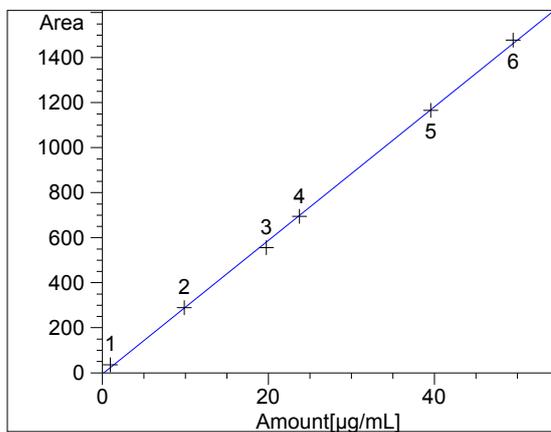
6 Warnings or Errors :

Warning : Overlapping peak time windows at 51.826 min, signal 1
 Warning : Overlapping peak time windows at 53.831 min, signal 1
 Warning : Overlapping peak time windows at 28.795 min, signal 2
 Warning : Overlapping peak time windows at 54.888 min, signal 2
 Warning : Overlapping peak time windows at 54.777 min, signal 6
 Warning : Overlapping peak time windows at 56.68 min, signal 6

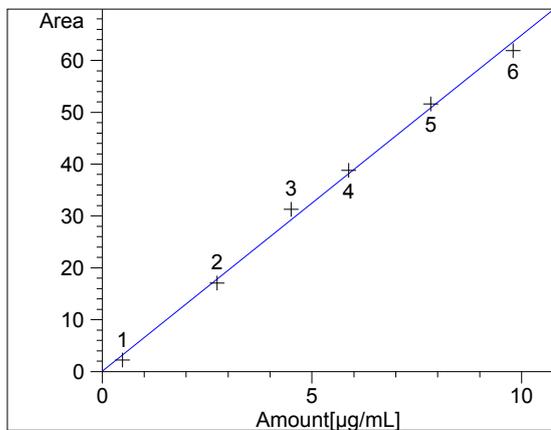
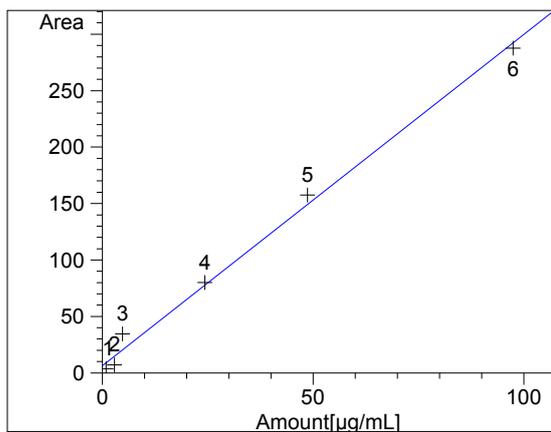
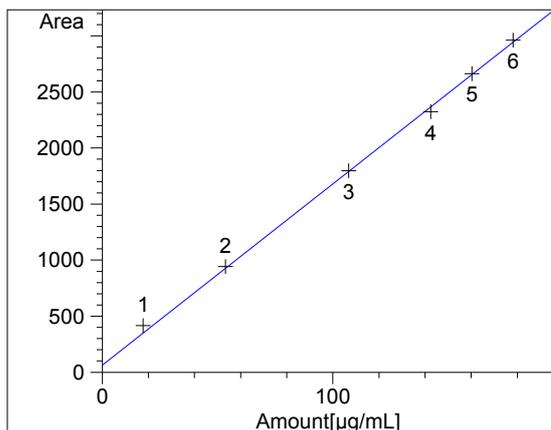
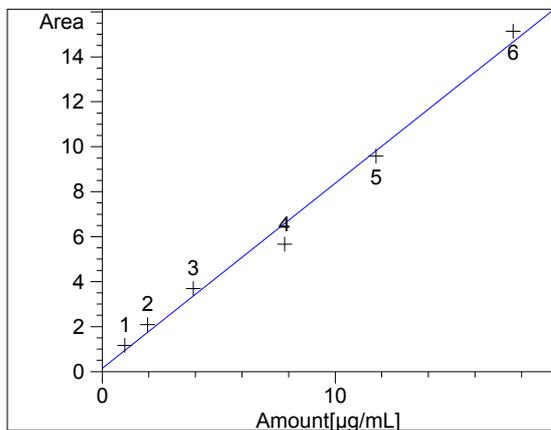
=====
 Peak Sum Table
 =====

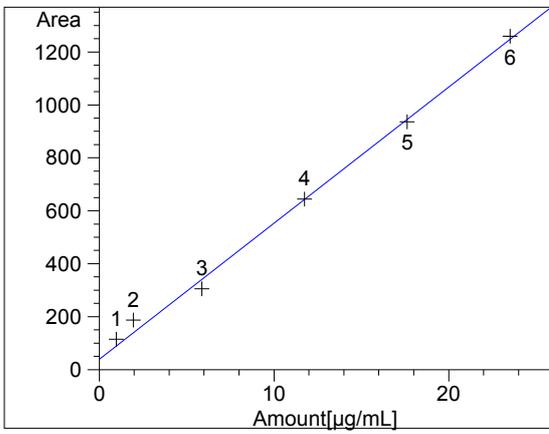
No Entries in table
 =====

=====
 Calibration Curves
 =====

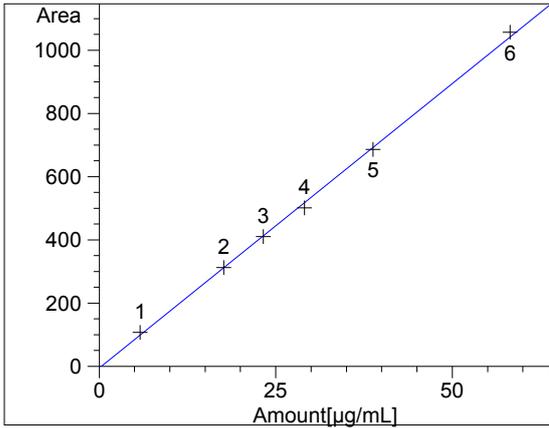


acide gallique at exp. RT: 5.200
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99971
 Residual Std. Dev.: 14.83717
 Formula: $y = mx + b$
 m: 29.67843
 b: -6.09620
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area

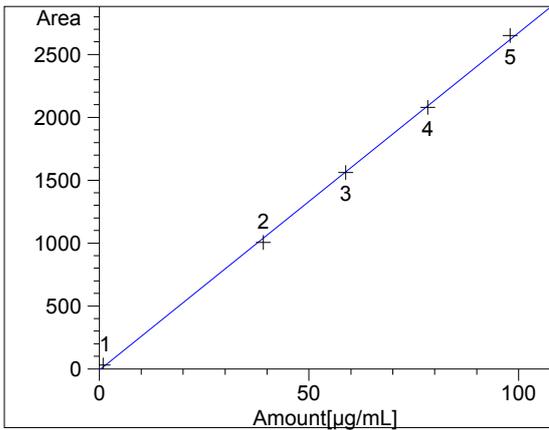




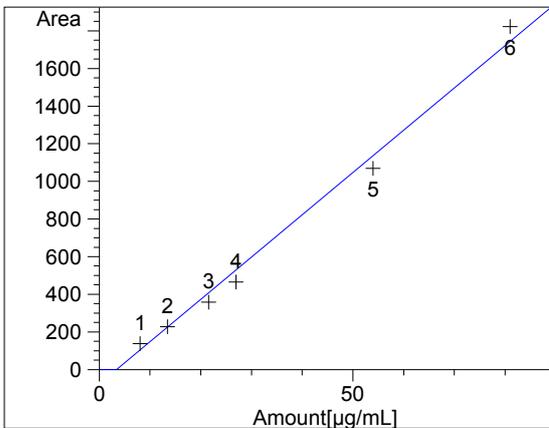
acide cafeique at exp. RT: 28.795
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.99776
 Residual Std. Dev.: 34.39403
 Formula: $y = mx + b$
 m: 51.44823
 b: 38.18265
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



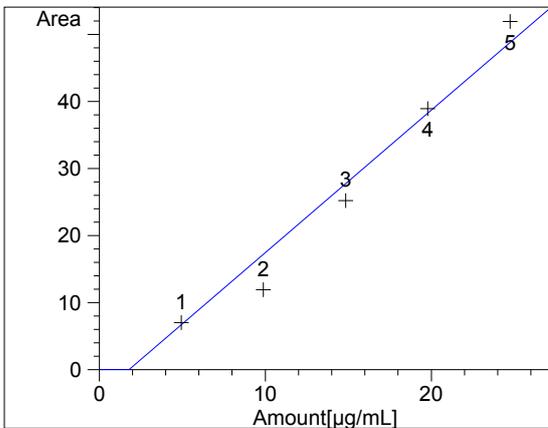
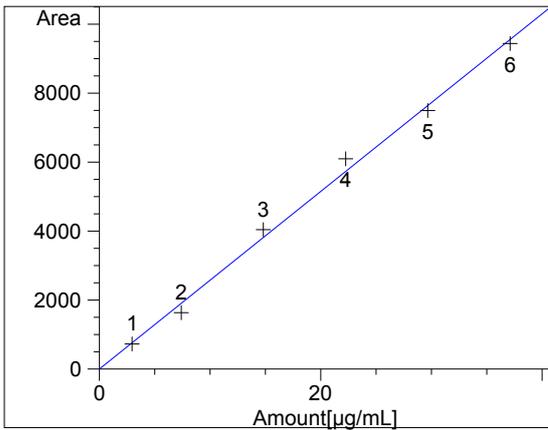
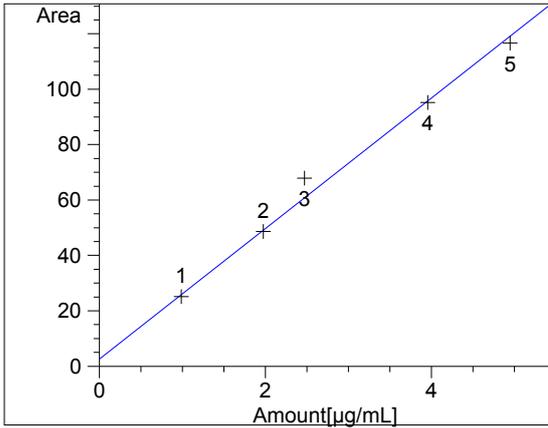
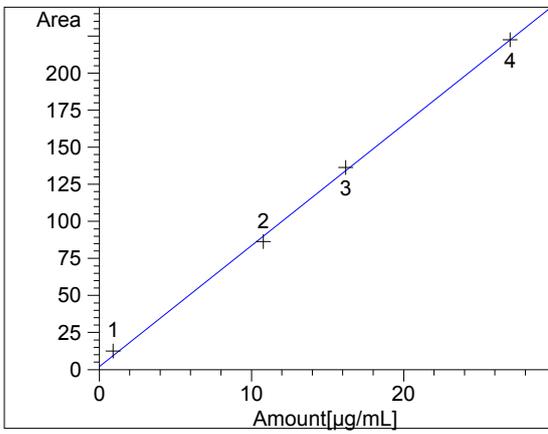
acide vannilique at exp. RT: 28.960
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99957
 Residual Std. Dev.: 11.45671
 Formula: $y = mx + b$
 m: 18.00125
 b: -5.91707
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area

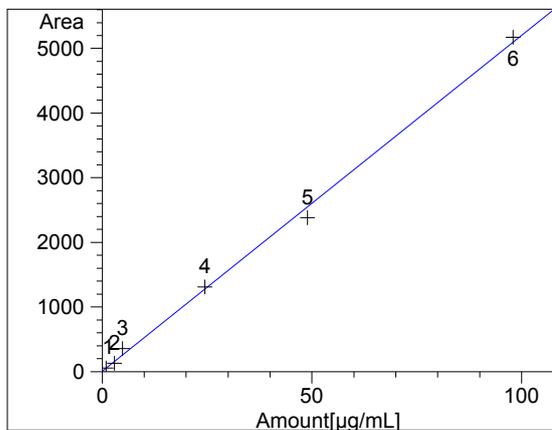


acide chlorogenique at exp. RT: 30.200
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.99976
 Residual Std. Dev.: 26.60070
 Formula: $y = mx + b$
 m: 26.84492
 b: -12.07281
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area

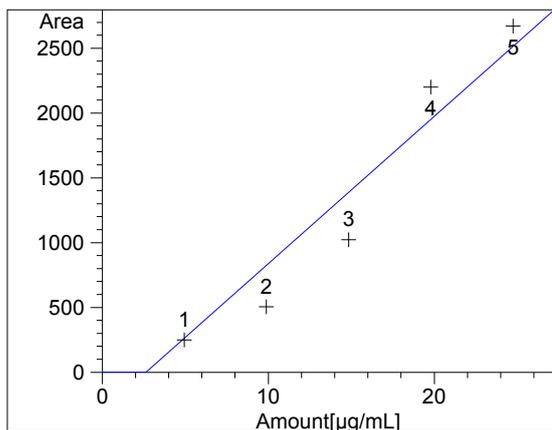


procyanidine B2 at exp. RT: 35.385
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99505
 Residual Std. Dev.: 70.30238
 Formula: $y = mx + b$
 m: 22.48463
 b: -77.01783
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area

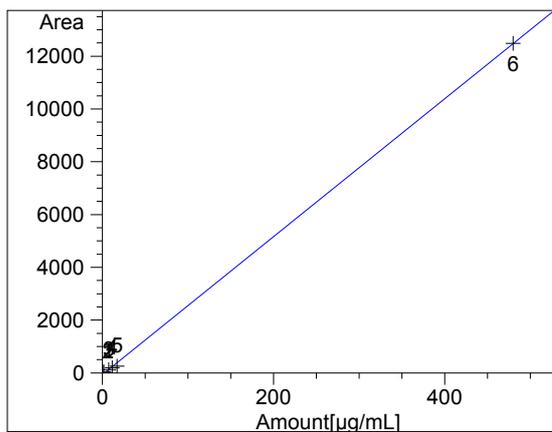




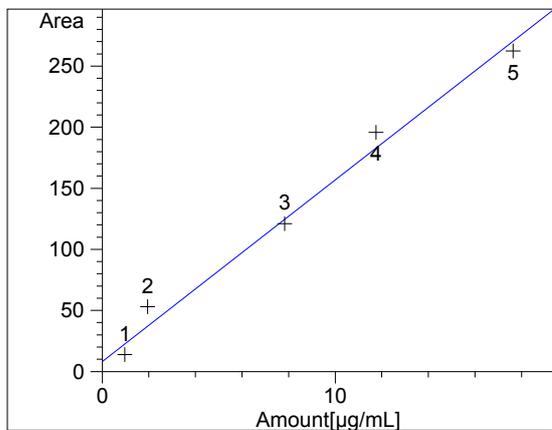
epigallocatechine at exp. RT: 51.826
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99895
 Residual Std. Dev.: 95.13974
 Formula: $y = mx + b$
 m: 51.99566
 b: 2.41380
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



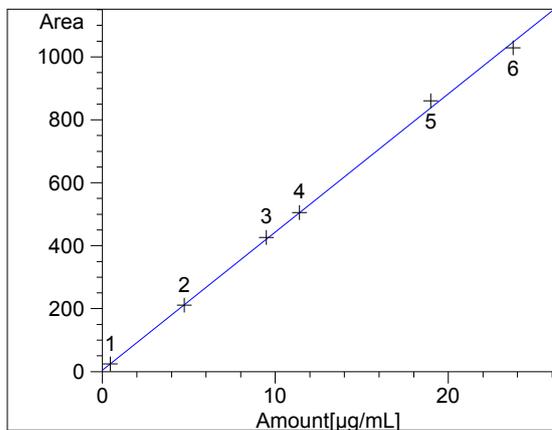
acide ferulique at exp. RT: 51.826
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.96462
 Residual Std. Dev.: 321.98653
 Formula: $y = mx + b$
 m: 113.78116
 b: -301.53105
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



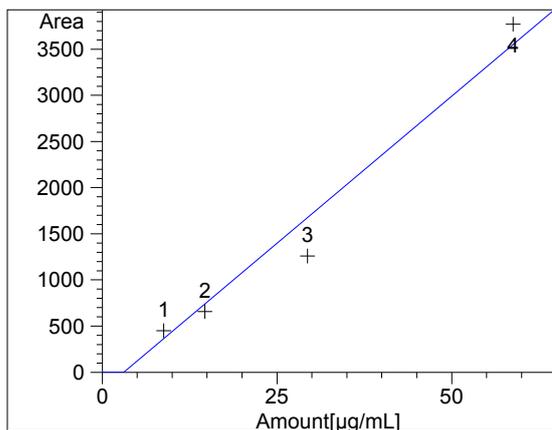
catechine gallate at exp. RT: 53.831
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99987
 Residual Std. Dev.: 82.88886
 Formula: $y = mx + b$
 m: 26.14403
 b: -71.84629
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



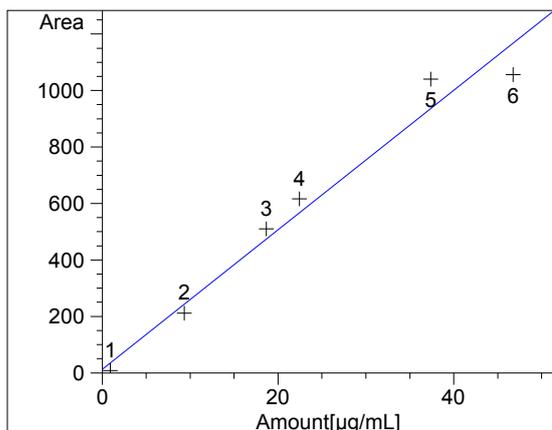
acide benzoique at exp. RT: 54.777
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.99420
 Residual Std. Dev.: 12.64204
 Formula: $y = mx + b$
 m: 14.87677
 b: 7.97132
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



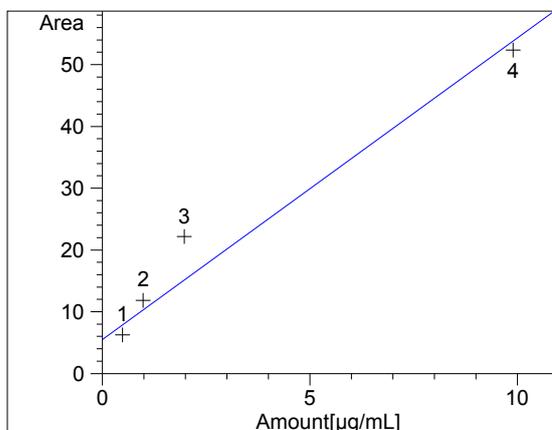
acide ellagique at exp. RT: 54.777
 DAD1 D, Sig=360,8 Ref=off
 Correlation: 0.99954
 Residual Std. Dev.: 13.19260
 Formula: $y = mx + b$
 m: 43.92844
 b: 4.05458
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



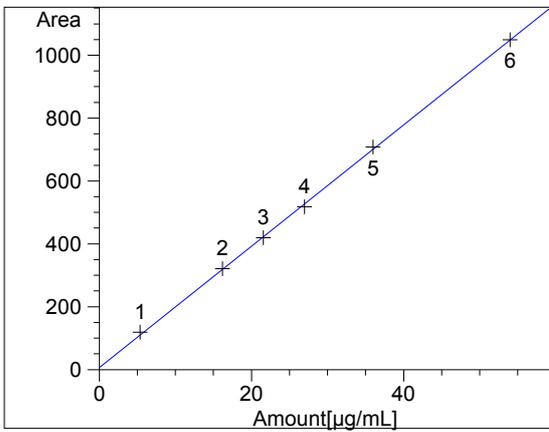
acide sinapique at exp. RT: 54.888
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.98439
 Residual Std. Dev.: 303.08360
 Formula: $y = mx + b$
 m: 63.78760
 b: -198.80007
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



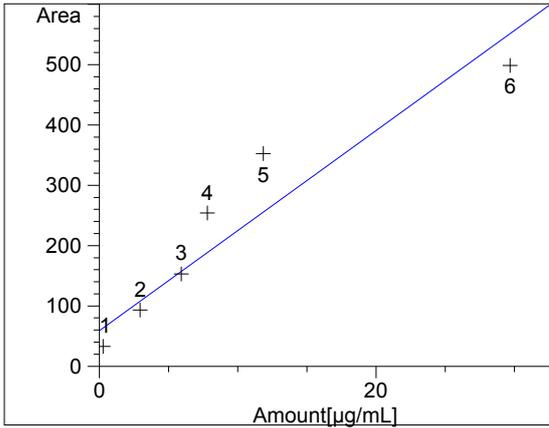
hyperoside at exp. RT: 56.680
 DAD1 D, Sig=360,8 Ref=off
 Correlation: 0.98776
 Residual Std. Dev.: 76.07911
 Formula: $y = mx + b$
 m: 24.71589
 b: 12.41611
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



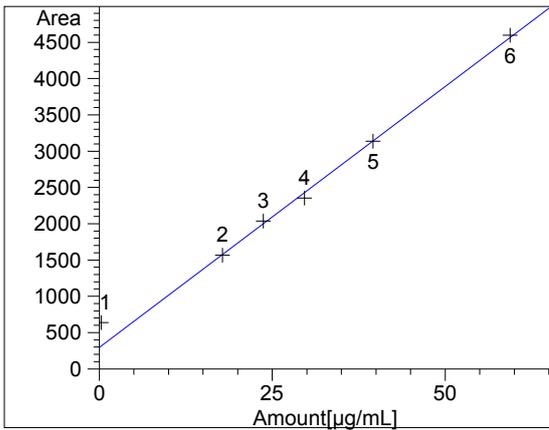
rutine at exp. RT: 57.168
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.97427
 Residual Std. Dev.: 5.35909
 Formula: $y = mx + b$
 m: 4.88654
 b: 5.44624
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



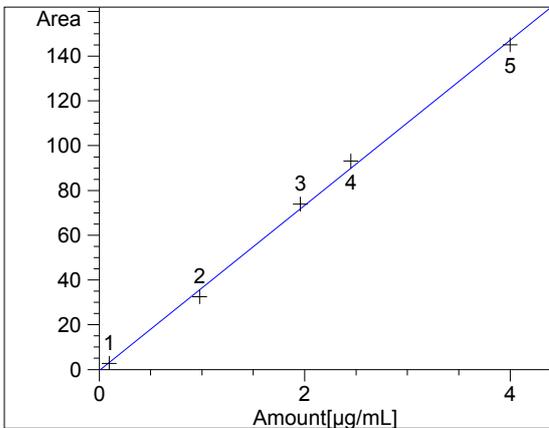
isoquercetine at exp. RT: 57.168
 DAD1 D, Sig=360,8 Ref=off
 Correlation: 0.99984
 Residual Std. Dev.: 6.97656
 Formula: $y = mx + b$
 m: 19.32200
 b: 5.15025
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



phlorldzine at exp. RT: 60.300
 DAD1 A, Sig=280,4 Ref=off
 Correlation: 0.94498
 Residual Std. Dev.: 64.92099
 Formula: $y = mx + b$
 m: 16.60307
 b: 58.59277
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



resveratrol at exp. RT: 60.320
 DAD1 B, Sig=320,16 Ref=off
 Correlation: 0.99307
 Residual Std. Dev.: 198.08987
 Formula: $y = mx + b$
 m: 71.96149
 b: 291.42186
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area



quercetine at exp. RT: 65.858
 DAD1 D, Sig=360,8 Ref=off
 Correlation: 0.99910
 Residual Std. Dev.: 2.69200
 Formula: $y = mx + b$
 m: 36.91307
 b: -5.17811e-1
 x: Amount [µg/mL]
 y: Area

Résumé

De nombreux fruits et légumes contiennent une grande quantité de polyphénols qui peuvent être bénéfiques pour la santé humaine. L'azérole (*Crataegus azarolus*) et l'olivier de Bohême (*Elaeagnus angustifolia*) se sont des fruits non conventionnels contenant des antioxydants. Leurs propriétés antioxydantes, fonctionnelles et pharmacologiques potentielles sont utilisées comme un traitement de nombreuses maladies, ce qui a stimulé la recherche sur la valorisation et la découverte de nouvelles sources inépuisables en substances bioactives. Leur conservation pour une utilisation quotidienne, dans l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique nécessite des traitements thermiques. Dans cette étude, le séchage est réalisé par une méthode innovante à micro-onde (de 180 à 900W) et à lyophilisation ainsi que l'extraction est réalisée par deux techniques, la première par micro-onde à 200 W qui est une méthode innovante et la deuxième par un chauffage à reflux qui est une méthode conventionnelle, ces méthodes ont un impact soit positif ou négatif sur les composés phénoliques qui sont déterminés par la chromatographie liquide à haute performance (HPLC). Polyphénols totaux, flavonoïdes, acide ascorbique, β -carotène, tanins condensés ont une activité antioxydante déterminée par DPPH, FRAP et ORAC, on a aussi étudié l'impact de séchage sur les propriétés fonctionnelles (CRE, CRH, solubilité, pouvoir moussant, pouvoir émulsifiant, stabilité d'émulsifiant, gélification, viscosité, pH et TSS).

Mots clés : Azérole, olivier de Bohême, séchage, HPLC, Composés phénoliques, Extraction, antioxydant, Propriétés fonctionnelles.

Abstract

Many fruits and vegetables contain a large number of polyphenols that can be beneficial to human health. Azarole (*Crataegus azarolus*), and Russain olive (*Elaeagnus angustifolia*) are among those unconventional fruits that have the capacity to trap oxygenated radicals. Further, these plants with a unique biological role have many potential antioxidants, functional and pharmacological properties including therapeutic effects which will help in the treatment of many diseases stimulated by research on the advancement of recovery and the discovery of new inexhaustible sources of bioactive substances. The effects of the treatments on their contents and its conservation for their daily use in the food industry and drug treatment consist of two treatments: thermal and two methods of extractions. They are two methods of drying: microwave method (180W to 900W) is an innovative method and Lyophilization and two methods of extractions, the first extraction by reflux heating is a conventional method and the second extraction by microwave at 200 W is an innovative method. These two methods have a positive or negative impact on phenolic compounds that are determined by a high liquid chromatography performance (HPLC), antioxidants such as total polyphenols, flavonoids, ascorbic acid, β -carotene and condensed tannins. In addition, Antioxidants are determined by DPPH, FRAP, and ORAC and on the functional properties (WAC, OAC, solubility, foaming property, emulsifying properties, emulsifier stability, gelation, viscosity, pH, and TSS) in-depth analysis of these two methods are carried out.

Keywords: Azarole, Russain olive, Drying, HPLC, Phenolic compounds, Extraction, Antioxidant, Functional properties.

ملخص

يوجد العديد من الفواكه والخضروات التي تحتوي على مادة البوليفينول الذي له دور كبير في المحافظة على صحة الإنسان. آثار فضولي وجود فواكه محلية غير المعروفة (الزعرور البري و الخلاف) التي تمتلك خصائص عديدة مضادة للأكسدة، وظيفية، دوائية) معروفة تعتبر من مجموعة النشاط الحيوي. الهدف هو تطوير واكتشاف مصادر جديدة لا تنضب فقط على العلاجات بل الحفاظ على استخدامها اليومي وفي مجالات عديدة وللحفاظ عن هذه الخصائص استخدمت عدة طرق منها طريقتين من التجفيف وطريقتين من الاستخراج، التجفيف بواسطة طريقة الميكروويف المبتكرة (من 180 إلى 900 واط) وطريقة التجفيف بالتجميد lyophilisation وطرق الاستخراج عن طريق الميكروويف استطاعته 200 واط هي طريقة مبتكرة والاستخراج عن طريق التسخين تحت الارتداد وهي طريقة تقليدية. الهدف من استعمال هذه الطرق لمعرفة للحرارة من تأثير إيجابي أو سلبي على المركبات الفينولية الموجودة في هذه الفواكه المدروسة والتي يتم تحديدها من قبل الجهاز جهاز للفصل اللوني للسوائل بالضغط العالي (HPLC)، ومضادات الأكسدة مثل إجمالي البوليفينول، الفلافونويد، حمض الأسكوربيك، β -carotène، ونشاط المواد المضادة للأكسدة باستعمال عدة طرق DPPH، FRAP و ORAC وعلى الخصائص الوظيفية (قدرة اكتساب الماء و الزيت، والنوبان، الرغوة، قدرة الاستحلاب، استقرار المستحلب، الهلام، اللزوجة، ودرجة الحموضة والمادة الجافة الإجمالية).

كلمات المفتاحية: زعرور، الخلف، التجفيف، HPLC، المركبات الفينولية، استخراج، ومضادات الأكسدة، والخصائص الوظيفية.