République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie Département de Génie des Procédés

Mémoire de projet de fin d'Etudes Pour l'obtention du diplôme de Master Académique

Thème

Contribution à l'étude phytochimique, Evaluation d'une activité biologique et Valorisation de deux plantes Algériennes dans la conserverie CAB.

Filière : Génie des Procédés Spécialité: Génie Chimique

Présenté par : Encadreur : Dr.Bouakkaz S.

Boukharouba Khouloud Co-Encadreur :Dr. Benayahoum A.

Hamici Amira

Résumé

L'objectif de ce travail est d'optimiser les paramètres d'extraction des polyphénols du

Romarin et des tiges de la vigne avec un modèle mathématique afin de les valoriser dans la

conservation de la tomate. Les extrais finaux ont été testés avec le réactif de folin et le DPPH.

Les analyses HPLC ont prouvé la spécification de cette extraction. En outre une

enquête sur la fabrication de la tomate de conserve a été effectuée. La purée de tomate à

divers Brix (22, 28 et 32 %) a été préparée au sein du laboratoire pour réaliser le test de

conservation.

Les résultats ont montré que certaines concentrations des extraits ont assuré la

conservation pendant 45 jours. Des analyses physicochimiques ont été effectuées sur les

divers concentrés de tomate, les résultats ont montré que les additifs ne sont pas déclarés sur

les étiquettes et qui vantent parfois une authenticité Italienne.

Mots clé: TPC, DPPH, Activité antioxydante, Romarin, Brix, Rosmarinus officinalis.

Remerciement

Tout d'abord le grand merci à Dieu le tout puissant qui nous a donné force, la santé, le courage et la persévérance afin de réaliser ce modeste travail.

Nous remercions chaleureusement nos parents qui nous ont soutenus tout long de nos études, parfois au prix de quelques sacrifices et sans qui nous n'aura pas pu atteindre ce niveau.

Nous tenons à remercier notre encadreur **Dr. Bouakkaz Samia**, pour supervision, sa présence, ses conseils précieux et pour les efforts qu'elle av consentis durant la rédaction de tout le long de notre mémoire de Master. No tenons à souligner la qualité de ses observations pertinentes, sa grande rigue scientifique et son investissement dans cette étude.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Dr. Benayahoum Ali,

Le responsable de l'atelier des docteurs chercheurs, d'avoir accepté d'ê notre Co-encadrant mais aussi pour son aide scientifique précieuse, ses conseils que pu nous fournir durant la réalisation de ce modeste travail et pour encouragements.

Nos remerciements vont aussi à tous les membres du jury, qui nous ont f. l'honneur de juger ce travail.

Nos vifs remerciements vont également à tous les enseignants département de génie de procédés qui nous ont assuré une bonne formation.

Enfin pour tous ceux qui ont contribué à l'élaboration de ce travail.

Merci pour tout le monde.



Avant tout, je voudrais remercier Dieu de m'avoir donné le courage et qui a guidé nos pas sur le bon chemin pour pouvoir réaliser ce modeste travail; que je dédie :

En premier lieu; à la lumière de mes yeux, à mes plus chers êtres au monde avec toute mon affection, toute ma gratitude; que Dieu les gardes; mes parents":

Toi Maman, la lumière de mes jours, ma vie et mon bonheur. Je la remercie aussi pour la force et la compassion qu'elle m'avait fait sentir.

Toi Papa, mon exemple éternel, mon soutien moral celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir.

Grâce à votre amour et votre sollicitude j'arrive aujourd'hui au couronnement de mes efforts.

A mes frères Mohamed Amin et Khaled, A mes chères sœurs Yasmina et Amina, Et leurs maris Ammar et salleh-dinne

A mes neveux Chihab et Khalil, A mon ange, la petite Sadjida Israa

A mon âme sœur Soumia

A mon binôme: Amira pour cette belle expérience,

A mes charmantes amies.

A toute la famille grande et petite.

A tous les étudiants de notre promo. A tous ceux qui m'ont aidé de loin ou de près durant mes études.



Khouloud. B



Avant tout, je voudrais remercier Dieu de m'avoir donné le courage et qui a guidé nos pas sur le bon chemin pour pouvoir réaliser ce modeste travail; que je dédie :

En premier lieu; à la lumière de mes yeux, à mes plus chers êtres au monde avec toute mon affection, toute ma gratitude; que Dieu les gardes; mes parents":

Toi Maman, la lumière de mes jours, ma vie et mon bonheur. Je la remercie aussi pour la force et la compassion qu'elle m'avait fait sentir.

Toi Papa, mon exemple éternel, mon soutien moral celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir.

Grâce à votre amour et votre sollicitude j'arrive aujourd'hui au couronnement de mes efforts.

A mon frère Khayro et mes chères sœurs Amel, Nessrine et Nihad.

A mon chére Walid.

A mon binôme: Khouloud pour cette belle expérience,

A mes charmantes amies.

A toute la famille grande et petite.

A tous les étudiants de notre promo. A tous ceux qui m'ont aidé de loin ou de près durant mes études.



Amira.H

Liste des figures

Pag
Figure 1.1: Phase de germination
Figure 1.2 : Phase de croissance
Figure 1.3: La fleur de tomate est jaune et à cinq pétales
Figure 1.4: Phase de fructification et de maturation
Figure 1.5: Structure du fruit de tomate
Figure 1.6: Principales formes de tomates (Coll., 2006)
Figure 1.7: Principaux pays producteurs de la tomate (million de tonnes) (Fao stat, 2011)
Figure 2.1: Structure de base des acides benzoïques et cinnamique (Bruneton, 2009)19
Figure 2.2: Structures chimiques de quelques stilbènes
Figure 2.3 : Structure générale des flavonoïdes
Figure 2.4: Structure des anthocyanosides
Figure 2.5 : Structure chimique des acides gallique et ellagique
Figure 2.6 : structure de coumarines (génines)
Figure 2.7: Effets biologiques des polyphénols (Martin et Andriantsitohaina, 2002)22
Figure 2.8: Vitis vinifera
Figure 2.9: Structure de deux flavonols de la vigne
Figure 2.10: Rosmarinus officinalis L
Figure 2.11: structure chimique des différents composés antioxydants identifier dans l'extrait de romarin (Almela et al, 2006) 1-Epiisorosmanol, 2-Carnosol, 3-Acide Carnosique, 4-Acide1, 2-Methoxy-Carnosique, 5-Carnosaldehyde, 6-Méthyle Ether Epirosmanol
Figure 3.1: Produits de la conserverie
Figure 3.2: Pont bascule
Figure 3.3: Lavage et triage de la tomate

Figure 3.4: Broyeur de tomate
Figure 3.5 : Préchauffage
Figure 3.6: Concentration
Figure 3.7 : Pasteurisation
Figure 3.8 : Remplissage de la tomate
Figure 3.19 : Sertisseuse
Figure 3.10 : Tunnel de stérilisation et de refroidissement
Figure 3.11 : Mise en carton
Figure 3.12 : diagramme de fabrication conserve de tomate
Figure 3.13 : Encartonnage et palettisation
Figure 3.14 : Schéma d'un évaporateur rotatif
Figure 3.15 : Structure du radical stable DPPH° (Molyneuxs, 2004)51
Figure 4.1: La poudre de romarin et de la vigne
Figure 4.2: Le Broyeur POLYMIX
Figure 4.3 : Le montage de filtration
Figure 4.4 : Le montage de la distillation sous vide avec le rotavap55
Figure 4.5: Lyophilisateur
Figure 4.6. Produits après lyophilisation55
Figure 4.7: La pesée du produit sur la balance
Figure 4.8 : La mise en solution des extraits
Figure 4.9: La mise du Folin.
Figure 4.10 : Après la mise du Folin
Figure 4.11: Réaction de test DPPH (2.2 Diphenyl 1 picryl hydrazyl) (CONGO, 2012)59
Figure 4.12 : Balance électrique 60

Figure 4.13 : Mesure de température 60
Figure 4.14 : Réfractomètre digital
Figure 4.15 : Réfractomètre
Figure 4.16 : Mesure de pH
Figure 4.17 : Colorimètre
Figure 4.18: Consistomètre
Figure 4.19: La pesé de tomate
Figure 4.20: Filtration
Figure 4.21: Le titrage avec NaOH
Figure 5.1 : Courbe d'étalonnage en termes d'acide gallique
Figure 5.2 : Courbe de pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait de romarin68
Figure 5.3: Courbe de pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait de la vigne
Figure 5. 4: Chromatogramme HPLC de l'extrait de Romarin à 360 nm Tr = 29,4 min pour le composé majoritaire
Figure 5.5 : Chromatogramme HPLC de l'extrait de sarment de vigne à 306 nm ; Tr = 28,9 min pour le composé majoritaire
Figures 5.6 : Histogramme de l'extrait de vigne
Figure 5.7 : Histogramme de l'extrait du romarin
Figure 5.8 : Courbe de pH des différents concentrés de tomate
Figure 5.9 : Double concentré du CAB
Figure 5.10 : L'acide citrique mentionné sur l'étiquetage de la tomate fabriquée en Italie avec
emboitement métallique76
Figure 5.11: L'acide citrique mentionné sur l'étiquetage de la tomate fabriquée en Italie avec
emboitage en verre76
Figure 5.12: Concentration de tomate par rota-vapeur

Figure 5.13: Comparaison de la couleur et l'odeur entre le triple concentré de l'usine Chine (A),
et le triple concentré préparé au laboratoire (B)
Figure 5.14: Résultats d'enquetes effectuées sur l'or rouge
Figure 5.15: Le soja(a) et l'amidon (b)ajout és au conserve de tomate preparée au laboratoire
Figure 5.16: Préparation de la tomate de conserve suivant la méthode chinoise !!!79
Figure 5.17: Mesure du pH de la tomate CAB80
Figure 5.18: Mesure du pH du concentré de tomate préparé au niveau de laboratoire80
Figure 5.19: Variation du pH de DCT (CAB) après l'ajout des différents additifs81
Figure 5.20: Variation du pH de tomate préparée dans laboratoire après l'ajout des différents
additifs82
Figure 5.21 : Extraits éthanoïques d'amidon, soja, TTC de la Chine, TDC Ben amor, Préparé LCA, Teloise
Figure 5.22 : Dépôt au niveau des conserves de la chine et de Ben amor
Figure 5. 23: Tomate avant et Photos de après l'ajout de réactif (NaI)(3/7/2019)85
Figure 5.23 : Les échantillons de tomates n'ont pas été contaminés
Figure 5 24. Début de contamination de la tomate

Sommaire

Résumé	i
Remerciement	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	XV111
Introduction Générale	01
Chapitre 01 : Généralité sur la tomate.	
1.1. Introduction	03
1.2. Les Phases de développement de la plante de tomate	03
Etape n°1 : Phase de germination	03
Etape n°2 : Phase de croissance	03
Etape n°3 : Phase de floraison	04
Etape n°4 : Phase de fructification et de maturation	04
1.3. Les exigences de la culture	05
1.3.1. La température	05
1.3.2. La lumière	05
1.3.3. L'eau	05
1.3.4.	La
salinité0)6
1.3.5. Hygrométrie	06
1.3.6. Le sol	06
1.4. La classification de la tomate	06
1.4.1. La classification botanique	06
1 4 2 La classification variétale	07

✓ Les v	variétés déterminées				• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		07
✓ Les v	variétés indéterminé	es			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		07
✓ Varie	étés buissonnantes						08
1.4.3. Cla	assification suivant	a forme du fru	ıit		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		8
1.4.4. Cla	assification suivant	ransformation	industrie	lle			08
>	Tomate de table.						08
>	Tomate industrie	lle					09
1.5. Compos	sition de la tomate f	raiche	•••••		•••••		09
1.5.1. Co	mposition chimique	de la tomate	fraiche				09
a-	Les caroténoïdes						09
b-	Les composés ph	énoliques					10
c-	Les vitamines						11
1.6. Importa	nce de la tomate						11
1.6.1. Im	portance alimentaire	2					11
1.6.1.1. P	Propriétés nutritionn	elles de la tom	ate				11
1.6.2. Im	portance économiqu	e de tomate					12
1.6.2.1.			Au				niveau
mondial.	•••••					12	
	Superficies et	•		de	la	tomate	en
1.8. La cons	erve de tomate						14
1.8.1. tomate	Compositions	- ·	-chimique	es .	du	concentré	de
1.8.1.1.							Matière
première						14	
1.8.1.2. In	ngrédients				•••••		14
1813 F	Lau de préparation						14

1.8.2.		des	différents	produits	à	base	de
tomate		14					
1.8.3.	Caractéris	tiques	du	COI	ncentré		de
tomate			15				
1.8.3.1. Ca	aractères organolep	tiques					15
1.8.3.2. C	aractères physico-cl	himiques					16
1.8.3.3. Ca	aractéristiques de la	tomate d	lestinée à la tran	sformation			16
Cha	pitre 02 : Etude b	ihliogran	shique sur les d	auv nlantac a	ntioxyd	lantas	
Cha	ipitie 02 . Liude b	ionograp	mque sur les u	cux plantes a	пиохус	iantes.	
2.1.			Les			com	posés
phénoliques.					18		
2.1.1.			Clas	ssification			des
polyphénols.				18			
Composés	,						non
flavonoïde	2s				19)	
a-	Les					í	acides
phénoliques.				19			
b-	Les						
stilbènes		•••••			19		
Composés	,						
flavonoïdes						20	
a.	Anthocyanosides						20
b.	Tanins						21
		C.					Les
flavonols					.21		
Les couma	rines	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •				• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	21
2.1.2. Effets	biologiques des po	lyphénols	S				21

2.2. Généra	alités sur Vitis vinifer	·a			22
2.2.1. Défir	nition		•••••		22
2.2.2. Histo	orique				23
2.2.3.				Ampélo	graphie
(classificati	ion)			23	
2.2.4.	Les	différent		espèces	de
			24		
	Morphologie		la	vigne	et
description			24		
2.2.6. Utilis	sations de la vigne				25
2.2.7. La co	omposition chimique	de la vigne			25
2.2.7.1. Le	s compositions phén	oliques de la vigne	<u> </u>		26
✓					
2.2.8.	Les	propriétés	curatives	de	la
vigne			26		
a.	Activité anti-oxy	dante			27
b.	Le domaine cardi	iovasculaire			27
с.	L'activité anticar	ncéreuse			27
2.3. Généra	ılités sur le romarin				27
2.3.1. Défir	nition				27
2.3.2. Histo	orique et origine				28
2.3.3.	No	menclature	(le	la
2.3.4.	Description	botanique,	répartition	géographique	et
2.3.5. Réco	olte				28

2.3.6. Classification
2.3.6.1. Classification classique
2.3.7. Propriétés du Romarin
✓ Activité antibactérienne29
✓ Activité antifongique29
✓ Activité antivirale29
✓ Activité ovicide29
✓ Activité anti-oxydante30
✓ Activité antimicrobienne30
✓ Activité anti-tumorale30
✓ Activité anti-inflammatoire31
✓ Activité anti- hyperglycémique31
2.3.8. Formes d'utilisation
2.3.9. Composition chimique du Romarin
2.3.9.1. Les diterpènes phénoliques
2.3.9.2. Les acides phénoliques
2.3.9.3. Les Flavonoïdes
2.3.9.4. Les sels minéraux
Chapitus 02 : Prégantation des agnests techniques aganis
Chapitre 03 : Présentation des aspects techniques acquis.
3.1. Description des produits finis de CAB
3.2. Technologie de fabrication du concentré de tomate
3.2.1. Réception et décharge
3.2.2. Stockage des matières premières
3.2.3. Lavage et triage
3.2.4. Broyage et extraction de jus
3.2.5. Préchauffage
3.2.7. Filtration

3.2.8. Cor	ncentration			39
3.2.9. Pas	teurisation			40
3.2.10. Re	emplissage			41
3.2.11. Se	rtissage			41
3.2.12. Sto	érilisation et refroidissemen	t		42
3.2.13. Sé	chage et conditionnement			42
3.2.13.				
Stockage.				42
3.2.14. Le	es vérifications finales			43
3.2.15. Er	nballage			43
3.2.16. To	oxicité			45
3.3. Les altér	rations des conserves			45
3.3.1. Les	altérations d'origines micro	biennes		45
3.3.2. Alte	ération biochimique			45
3.4. Extraction	on des polyphénols			45
3.4.1. L'ex	xtraction conventionnelle pa	ar solvant		46
a.	La nature du solvant			46
<i>b</i> .	La concentration du solve	ant		46
<i>c</i> .	La température et le temp	<i>ps</i>		46
d.	Le rapport solvant/solide	(ratio)		46
3.4.2.				La
filtration.				47
343 La	distillation sous vide			47
	lyophilisation			
	ctométrie			
	des polyphénols totaux par			
3.7.	ses porprienois totain par	reaction a suse as 1 o		Activité
	ess antioxydant			
	ions des antioxydants			
3.7.3.	Différents	types	des	radicaux
	thodes de tests des antioxyd			51

3.7.4.1. Test de réduction du radical 1,1-diphényl 1-2-picrylhydrazyle (DPPH)......51

Chapitre 04 : Partie pratique.

4.1. M	latériel végétal	l						52
4.2. B	royage des det	ıx plantes						52
4.3. Pı	rocédé d'extra	ction de polypl	hénols à partir (de pou	dres obtenu	es		53
4.3	.1.		T	ype				de
sol	vant						53	
4.3	.2. La filtratio	n		• • • • • • • •				54
4.3	.3. La distillat	ion sous vide.						54
4.3	.4. La lyophili	sation		• • • • • • • •				55
4.4.	Dosage	des	composés	ph	énoliques t	otaux:	L	Le test
TPC			56					
4.4.1.	Principe							56
4.4.2.								Mode
opérat	oire						57	
4.4.3.				E	Expression			des
résulta	nts					57		
4.5.	Activi	té ar	ntioxydante		des	extra	aits	hydro
alcool	iques		58	3				
4.5	.1. Test DPPH							58
4.5	.2. Principe	••••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •					58
4.5	.3. Mode opéra	atoire						59
4.6.	Méthodes	d'analyses	effectuées	au	niveau	de	la	conserverie
CAB.	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	60						
4.6	.1. Analyse de	la tomate						60
4.6	.1.1. Le poids.							60
4.6	.1.2. La tempé	rature						60
4.6	.1.3.							Le
briz	ζ						6	1
4.6	.1.4. Le PH							61
4.6	.1.5. La couleu	ır						62

4.6.1.6	· .	La				viscosité	
(Bostw	vick)				62		
4.6.1.7	'. L'acidité						63
4.6.1.8	3. Le test de stab	ilité					64
4.6.2. Ana	alyse de l'eau						64
		-	re 05 : Résulta				
5.1. Introd	duction			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			65
5.2.			Extractio	n			des
polyphéno	ols				65		
5.3.		Calcul		du		1	rendement
d'extracti	on				65		
5.4. Dosa	ge des polyphér	ols totaux.					66
5.4.1.	Calcul des poly	phénols tota	aux				66
5.4.2.	Le	S	résultats		expérimentau	X	par
TPC				67			
5.5. Evalu	uation de l'activ	ité antioxyo	dante des extra	its de ron	narin et de sarme	ents de v	igne67
5.5.1.	Test de l'activite	é antiradica	laire				67
5.5.2.			Détermi	nation			de
1'EC50)				68		
5.6. Etude	e chromatograpl	nique des 2	extraits			· • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	69
5.6.1. 1	HPLC Analytiq	ue					69
5.7. Tenta	ative de valoris	ation des de	eux extraits da	ns le don	naine de conserv	vation d	e produits
ag	ro-alimentaires		•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			71
5.7.	1. Anal	lyse phy	ysico chimi	ique d	le conserve	de	tomate:
CA	В	7	1				
	2. Analyse plaits.72	hysico chii	mique de cons	serve de	tomate: CAB	avec ajo	out des 2
5.8.	Préparation	du	concentré	de	tomate	à	l'échelle
laboratoir	·e		76				
5.9.		L'empi	re		de		l'or
rouge					78		

5.10.	Ajustement	de la	concentration	du	concentré	de	tomate	prép	aré	au
laborat	oire	79								
5.11. N	Mesure du PH	de conserv	ve de tomate et c	ompar	aison des ré	sultats	S			80
5.12.		Val	idation		des			1	résult	ats
obtenu	S	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			82					
5.12	2.1.		Validation		pa	r			analy	/se
HPI	.C				82					
5.12	2.2.	Validation	n par		détection	n	via	ı		sel
iodé	<u>;</u>	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		8	34					
5.13. V	Valorisation o	des polypl	nénols du roma	rin et	de des sar	rments	de la	vigne	dans	la
conserv	vation			de	:					la
tomate							85			
5.13	3.1.		Résultats			de				la
cons	servation					8	5			

Liste des tableaux

	Page
Tableau 1.1 : La classification systématique de Lycopersicum esculentum (Ber 2008).	
Tableau 1.2: Teneurs des principaux caroténoïdes identifiés dans les to fraîches	
Tableau1.3: Flavonoïdes identifiés dans les tomates fraîches (Gall,G. 2003).	
Tableau 1.4 : Teneurs de quelques composés phénoliques dans des tomates fraîches (Capar E.etal.,2008 ; Re,R.etal.2002)	•
Tableau 1.5 : Valeur nutritionnelle moyenne pour 100g de tomate crue (Anonyme, 2009)	12
Tableau 1.6 : Evolution des productions des tomates industrielles (Anonyme, 2007)	13
Tableau 1.7: Les entreprises de transformation de tomates industrielle en Algérie (Anor 2009)	
Tableau 1.8 : Caractéristiques organoleptiques (Rey et Castes, 1965)	15
Tableau 1.9 : Teneur en résidus sec (%) du concentré de tomate (Anonyme ,1998)	16
Tableau 1.10 : Les valeurs nutritionnelles moyennes pour 100 g des concentrés de tomates.	17
Tableau 2.1.principaux composés identifiés dans l'extrait de Rosmarinus officinalis	
(Almela et al. 2006)	33
Tableau 4.1: Paramètres d'extraction des 04 extraits réalisés	53
Tableau 5.1: Les paramètres d'extraction	65
Tableau 5.2. Poids des extraits obtenus après lyonhilisation et leur rendement	66

Tableau 5.4: Quantité de polyphènols en terme de TPC 67
Tableau 5.5: Evaluation de l'activité antioxydante des 02 extraits en termes de DPPH69
Tableau 5.6: Les résultats d'analyses physico-chimiques des différents concentrés de tomate
Tableau 5.7: Résultats d'analyses physico-chimiques du DCT après ajout de l'extrait de Romarin
Tableau 5.8: Résultats d'analyses physico-chimiques du DCT après l'ajout de l'extrait de vigne
Tableau 5.1 : Variation du pH des différents concentrés de tomate. 74
Tableau 5.10: Quantité d'acide à ajouter selon le volume du bocal avec deux acide
Tableau 5.11 :Variation du pH de DCT avant et après l'ajout des différent aditifs
Tableau 5.12: Variation du pH de tomate préparée dans laboratoire avant et après ajout des additifs
Tableau 5.13 : Variation du pH après incubation

LISTE DES ABREVIATIONS

USDA : United **S**tate **D**epartment of **A**griculture (Département de l'agriculture des Etats-Unis)

Vit C: Vitamine C

LDL: Low Density Lipoproteins (lipoprotéines de faible densité)

PPM: Partie Par Million

HIV-1 : Virus de l'Immunodéficience **H**umaine de type 1

BHT: Hydroxytoluène Butylé

BHA: Hydroxyanisole Butylé

ERO: Espèces Réactives de l'Oxygène

GCMS : Gaz Chromatography-Masse Spectrometry (la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse)

CAB: Conserverie Amor Ben amor

PDSR: Pasteurisateur et Desaérateur à Serpentin Rotatif

ADN: Acide Désoxyribo Nucléique

EAO: Espèces Actives de l'Oxygène.

RL: Radicaux Libres.

ROS: Reactive Oxygen Species

 O_2 - : Anion Superoxide.

NO. : **M**onoxyde d'**A**zote.

ONOO-: Peroxynitrite.

H: hydrogène.

 O_2 : oxygène.

NO₂': Dioxyde Nitrique

H₂O₂: Peroxyde d'hydrogène

ONOOH: Nitroperoxyde

O2•-: l'Anion super oxyde

OH: Radical hydroxyle

NO : Monoxyde d'azote

ROO : Radical peroxyle

RO*: Radical alkoxyle

DPPH: 2,2-**D**i **P**henyl-1-**P**icryl **H**ydrazyle

ORAC: Oxygen Radical Absorbance Capacity

ABTS: (2,2'-AzynoBis-[3-ethylbenzo Thiazoline-6-Sulfonic acid)

FRAP: Ferric Reducing Ability of Plasma

EC₅₀: Concentration en antioxydant nécessaire pour réduire de 50 % la Concentration initiale en DPPH

LCA: Laboratoire Chimie Appliquée

TPC: Total Phenolic Componds

UV-Vis: Ultra-Violet Visible

TAH: Transfert d'Atome d'Hydrogène

CT: Concentré de Tomate

DCT : Double concentré de Tomate

TCT: Triple Concentré de Tomate

HPLC : Haute Performance Liquid Chromatographie (La chromatographie en phase liquide à haute performance)

Mg EGA/g MS : Milligrammes Equivalent Acide Gallique/ grammes de Matière Sèche de la plante

L: Luminosité

a/b: taux de rouge absorbé par apport au jaune

CRAPC : Centre de Recherche Scientifique & Technique en Analyse Physico-Chimique

Introduction

L'apparition et l'implantation d'une première unité de transformation industrielle (la tomacoop) à Annaba dans les années 1920, était parmi les vecteurs ciblés pour assurer une croissance de l'emploi et des revenus ainsi qu'une croissance et une diversification des exportations. Aujourd'hui, la production de tomate se situe au quatrième rang mondiale des légumes, sa consommation est en constante augmentation elle est de plus 15kg par habitant et par an.

Aujourd'hui, les consommateurs sont de plus en plus exigeants en matière de goût, de couleur, de texture... Ils cherchent des produits bénéfiques pour la santé mais aussi des aliments qui ont du goût, une couleur attirante, et qui se conservent longtemps. Ainsi, des additifs sont fabriqués pour répondre à ces demandes. Ces substances sont ajoutées intentionnellement et en petite quantité à un aliment au cours de sa préparation afin d'assurer une meilleure conservation ou de compenser la perte des qualités sensorielles.

Elles peuvent être d'origine naturelle (minérale, végétale ou animale), issues de la transformation de substances naturelles ou obtenues par synthèse. Parmi ces substances l'acide citrique, jus de citron, des carottes, des oignons, de l'huile, de sel, les aromates, de l'amidon de maïs pour la texture, du sucre qui permet d'adoucir le goût de tomate en cassant son acidité. L'absorption de ces substances peut causer de graves problèmes de santé. En effet, certaines sont mutagènes et gènotoxiques ou encore provoquent des cancers de la thyroïde voire des tumeurs des glandes surrénales.

Pour éviter ces maladies, il a été découvert de nouveaux antioxydants à partir de sources naturelles, nous nous sommes intéressés dans ce travail à l'étude des composés phénoliques et l'évaluation des propriétés antioxydants des extraits de deux plantes médicinales.

Les polyphénols prennent une importance croissante, notamment à cause de leurs effets bénéfiques sur la santé. En effet, leur rôle comme antioxydants naturels suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires, cardiovasculaires et neurodégénératives. Ils sont également utilisés comme additifs pour l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre travail portant sur l'effet des extraits végétaux sur le stress oxydant et leur ajout comme additif dans les produits alimentaires tout en jouant le rôle de conservateur naturel, il s'agit des deux plantes : Vitis vinifera et Rosmarinus officinalis

Ce travail sera présenté en cinq chapitres:

L'état des connaissances bibliographiques botaniques et Composition chimique de la tomate fraiche et les Compositions physico-chimiques du concentré de tomate, seront présentés dans un premier chapitre.

Dans un deuxième chapitre, nous donnerons une vue d'ordre générale sur les composés phénoliques et une étude bibliographique sur les deux plantes testées comme antioxydantes: la vigne et le Romarin.

Dans le troisième chapitre, nous ferons une présentation exhaustive de tous les aspects techniques que nous avons pu apprendre ou approfondir durant notre stage et nous évoquerons aussi des généralités sur les différentes étapes mises en place pour l'extraction de polyphénols à partir de plantes naturelles. Nous y aborderons également un aperçu général sur la théorie de l'activité visée par cette étude notamment le dosage des polyphénols totaux par la méthode du folin-Ciocalteu et l'activité anti radicalaire par le test DPPH

Le quatrième chapitre sera consacré aux méthodes et techniques utilisées pour l'extraction des polyphénols totaux et les méthodes d'analyses effectuées au niveau de la conserverie CAB.

L'interprétation des résultats de notre étude feront l'objet du cinquième chapitre.

Enfin, nous terminerons par une conclusion générale qui portera sur une lecture attentive des différents résultats obtenus et des perspectives.

1.1. Introduction

La tomate (*Solanum Lycopersicum L.esculentum*) fait partie de la famille des solanacées. La tomate est le fruit du plant de tomate, c'est une plante herbacée annuelle sous nos climats. Elle est de la même famille que les pommes de terre, les aubergines, les poivrons.

Cette plante est cultivée en plein champ ou sous presque toutes les latitudes, sur une superficie d'environ trois millions d'hectares, ce qui représente près du tiers des surfaces mondiales consacrées aux légumes. La tomate a donné lieu au développement d'une importante industrie de transformation, pour la production de concentré, de sauces, de jus et de conserves (MTCTHG, 2009).

1.2. Les Phases de développement de la plante de tomate

Le développement de la plante de tomate s'accomplit en passant par des phases successives caractéristiques qui sont:

Etape n°1 : Phase de germination (Figure 1.1).

Les graines germent en 6 à 8 jours après le semis à la température optimale du sol (20 à 25C°) (Van Der Vossen et al., 2004). Au-dessus du sol apparaissent la tigelle et deux feuilles cotylédonaires simples et opposées. Dans le sol, la radicule possède un manchon de poils absorbants bien visible (Mémento de l'agronome, 2003). https://agronomie.info/fr/phases-de-developpement-de-la-plante-de-tomate/Mars.



Figure 1.1: Phase de germination.

Etape n°2 : Phase de croissance

C'est la phase où la plante émet plus de racines et développe sa partie aérienne par l'émission des paires de feuilles (Figure 1.2) qui ne sont bien développées que vers le 20èmejour. (Mémento de l'agronome, 2003). https://agronomie.info/fr/phases-de-developpement-de-la-plante-de-tomate/Mars.



Figure 1.2: Phase de croissance.

Etape n°3 : Phase de floraison

La première inflorescence, apparaît deux mois et demi environ après le semis (Figure 1.3). La floraison s'échelonne de bas vers le haut (**Mémento de l'agronome, 2003**). https://agronomie.info/fr/phases-de-developpement-de-la-plante-de-tomate/Mars.



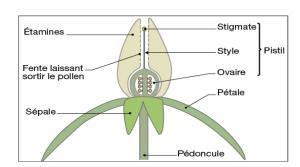


Figure 1.3: La fleur de tomate est jaune et à cinq pétales.

Etape n°4: Phase de fructification et de maturation

Cette étape débute durant la phase de floraison. Les fleurs se développent, grossissent et après avoir atteint leur taille définitive, elles commencent par perdre leur coloration verte au profit du jaune puis au rouge de plus en plus accentué.

Cette phase dure environ deux mois, soit de quatre à six mois après le semis. La durée du cycle végétatif complet de la tomate est de 4 à 5 mois environ pour les semis direct en pleine terre et de 5 à 6 mois pour les plants repiqués. En contre saison, le cycle végétatif s'allonge et il peut atteindre 7 mois (Mémento de l'agronome, 2003) ; https://agronomie.info/fr/phases-de-developpement-de-la-plante-de-tomate/Mars.



Figure 1.4 : Phase de fructification et de maturation.

La tomate est un fruit :

- Le fruit se forme à partir de la fleur qui a été polonisée.
- La tomate est auto-féconde: la fécondation se fait par les propres grains de pollens de la tomate et elle ne nécessite pas l'intervention d'un agent pollinisateur (http://www.lycee-buffon.fr/images/pdf/Expose-svt-formation-de-la-tomate.pdf).

1.3. Les exigences de la culture

1.3.1. La température

La tomate est exigeante en ce qui concerne les températures dont l'optimum se situe entre 13 et 20 °C pendant la nuit et entre 20 et 27 °C pendant la journée (**Nyabyenda P. 2007**).

1.3.2. La lumière

L'intensité de la lumière affecte la couleur des feuilles et aussi la mise à fruits et leurs couleurs (Naika S et al., 2005). La tomate aime les situations bien ensoleillées, mais elle ne présente pas d'exigences photopériodiques très marquées (Chaux C et al., 1994).

La lumière intervient sur la croissance et la fructification de la tomate par sa durée, son intensité et sa qualité. 1200 heures d'insolation sont nécessaires pendant les 6 mois de végétation, un éclairement de 14 heures par jour est nécessaire pour une bonne nouaison (Hamidouche et al., 2013).

1.3.3. L'eau

L'alimentation hydrique est un facteur important du rendement et de la qualité, entre autres du calibre. La tomate est gourmande en eau, une alimentation en eau irrégulière entraine une irrégularité du point de vue de l'alimentation en calcium et entraine donc la nécrose apicale. Les besoins hydriques sont surtout importants à partir de la floraison du deuxième bouquet (Elattir et al., 2003).

1.3.4. La salinité

Selon **Brun et al (1987),** il est généralement considéré qu'un excès de vigueur du plant de tomate en début de culture retarde la précocité de la production. La modulation de la concentration saline de la solution nutritive est l'un des moyens utilisés pour maitriser le développement du jeune plant.

1.3.5. Hygrométrie

Un taux d'humidité élevé peut causer des problèmes dans les serres car il favorise l'établissement de nombreux champignons et bactéries pathogènes. Cependant, un taux d'humidité trop faible à cause de l'arrivée d'air froid et sec dans la serre en hiver stressera encore plus les plants (Elmhirst J, 2006).

L'humidité atmosphérique doit être de 76% lors de la germination, 75-80% durant l'élevage des plantes, 70-80% lors du développement des fruits (**Hamidouche et al., 2013**).

1.3.6. Le sol

Le sol doit être bien aéré et drainant. La teneur en matière organique du sol doit être assez élevée (2-3%) pour obtenir de bons rendements. La tomate pousse bien sur la plupart des sols minéraux qui ont une bonne capacité de rétention d'eau et une bonne aération (**Elattir et al.**, 2003).

1.4. La classification de la tomate

1.4.1. La classification botanique

La tomate est originaire de la région andine du Nord-Ouest de l'Amérique du Sud où sa domestication remonte à plus de 5000 ans. Elle a été introduite au Mexique puis via les Espagnols en Europe au XVIème siècle (Verolet J-F et al., 2001).

De nos jours, c'est l'un des légumes-fruits le plus consommé dans le monde (Naika S et al., 2005; Kambale, 2006).

En effet, les éléments historiques montrent que *Solanum lycopersicum* a été proposé par Linné en 1753, un an avant la proposition de Miller d'associer la tomate au genre *lycopersicum*. Les deux noms continuent à être utilisés dans la littérature (**Blancard D, 2009**).

Tableau 1.1: La classification	n systématique de <i>Lycopersicum</i>	esculentum (Benton J, 2008).

Règne	Plantae
Sous-Règne	Tracheobionia
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Asteridae
Ordre	Solanales
Famille	Solanacées
Genre	Lycopersicum
Espèce	Lycopersicum esculentum

D'un point de vue botanique, la tomate est un fruit cultivé et utilisé comme un légume. (Figure 1.5) (**Hulme, A. C., (Ed.) ; 1971**).

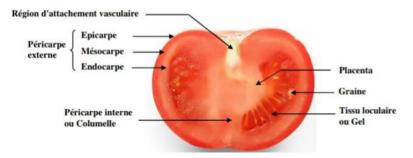


Figure 1.5: Structure du fruit de tomate.

http://en.wikipedia.org/wiki/Tomato

1.4.2. La classification variétale

> Les variétés déterminées

Ce groupe est donc à retenir lorsque l'on souhaite disposer d'une récolte élevée en tonnage, mais dans un éventail de production peu étendu, de 6 à 7 semaines environ. Elles sont trouvées des variétés fixées (AICHA) et des variétés hybrides. Ces dernières sont les plus utilisées, elles contiennent essentiellement : FAROUNA, JUKER, LUXOR, SUPER RED, TPO48, TOMALAND, SUZANA, et ZIGANA ZERALDA (Snoussi S, 2010).

> Les variétés indéterminées

Ce groupe se caractérise par un rendement important qui s'étale sur une longue période (Laumonnie R, 1979). En Algérie les variétés hybrides sont les plus utilisées citons quelques

une: ACTANA, AGORA, BOND, NEDJMA, TAVIRA, TYERNO et ZAHRA (Snoussi S, 2010).

Variétés buissonnantes

Ces variétés se distinguent par des tiges épaisses, solides et avec des inflorescences serrées. Les tomates buissonnantes ressemblent aux tomates à croissance déterminée. Ces variétés ne sont pas cultivées en Algérie (Anonyme2, 2007).

1.4.3. Classification suivant la forme du fruit

On distingue cependant plusieurs catégories de tomates, selon le mode de croissance de la plante et surtout selon le type de fruit (Figure 1.6):

- les variétés à fruit plat et côtelé, de type **tomate de Marmande**, dont le poids est élevé puisqu'il peut dépasser 1 kg ;
- les variétés à fruit arrondi, dont le poids varie de 100 à 300 g, pour lesquelles il existe plus particulièrement de nombreuses variétés **hybrides** dont les fruits se conservent longtemps ;
- les variétés à fruit allongé avec une extrémité arrondie, de type Roma, ou pointue, de type Chico. Ces dernières variétés sont surtout destinées à l'industrie. Elles ont toutes un port déterminé et leurs fruits répondent à un certain nombre de critères technologiques liés à leur transformation. Certaines de ces variétés se prêtent à la récolte mécanique.
- les variétés de petite dimension et de faible poids, tomate cerise, cocktail (**Coll., 2006**).

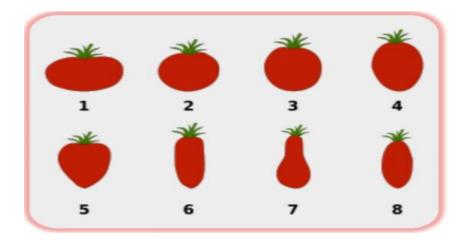


Figure 1.6: Principales formes de tomates (Coll., 2006).

1.4.4. Classification suivant transformation industrielle

> Tomate de table

Elles sont grosses, elles sont moins rouges que les tomates industrielles, elles contiennent beaucoup de pépins et d'eau, leur peau est peu résistante. Elles sont utilisées pour la salade ou transformées en purée pour sauce. Leur rendement à l'hectare est faible comparé à la tomate industrielle; elles ne peuvent donc pas faire l'objet d'une transformation industrielle (MTCTHG, 2009).

> Tomate industrielle

De dimensions souvent plus petites et parfois allongées, aspect très rouge désiré pour les sauces, elles ont un taux de matières sèches plus élevées aussi elles ont une peau résistante.

Ce sont ces tomates qui se prêtent à une transformation industrielle comme leur nom l'indique.

1.5. Composition de la tomate fraiche

La composition biochimique des fruits de tomate fraîche dépend de plusieurs facteurs, à savoir la variété, l'état de maturation, la lumière, la température, la saison, le sol, l'irrigation et les pratiques culturales (Sadoc et al., 2016).

Le jus représente la majeure partie des constituants physiques de la tomate. La tomate est constituée de 94 à 96 % de jus, 1 à 1,5 % de pépins et 1,5 à 2,5% de pelures et fibres. Les sucres contenus dans la tomate sont essentiellement, le glucose représentant 0,88-1,25%, et le fructose 1,08-1,48%.

1.5.1. Composition chimique de la tomate fraiche

Il faut noter que la composition des tomates fraîches de différentes variétés peut varier significativement, en particulier en fonction des cultivars (Lenucci M. S et al., 2006). De même, les conditions de culture (techniques agricoles et facteurs environnementaux) et de conservation post-récolte peuvent entraîner des variabilités de composition au sein d'un même cultivar (Luthria D.L. et al., 2006; Slimestad R et al., 2005). Par exemple, une exposition à d'importantes radiations lumineuses lors de la croissance du fruit permettrait d'accroître les teneurs en caroténoïdes et en vitamine C (Marsic N. K et al., 2010).

a- Les caroténoïdes

Retrouvés majoritairement chez les tomates rouges est le (E)-lycopène qui constitue leur principal pigment. Le β -carotène et l' α -carotène, des micronutriments possédant une activité provitaminique A, sont eux aussi présents dans de nombreuses variétés de tomates principalement sous la forme E. On peut aussi noter la présence de xanthophylles: la lutéine, la néoxanthine et la violaxanthine (**Leonardi**, C. et al., 2000; Ben-Aziz, A. et al., 1973).

Tableau 1.2: Teneurs des principaux caroténoïdes identifiés dans les tomates fraîches.

Caroténoïde	Teneurs (mg/100g de produit frais)		
Lycopène (E+Z)	0,11-17,5		
β-Carotène (E + Z)	0,08-1,06		
γ-Carotène	0,01-0,07		
ζ-Carotène	0,01-0,90		
Phytoène	0,01-1,92		
Phytofluène	0,04-1,05		
Lutéine	0,01-0,20		
Neurosporène	0,01-0,05		
1,2-Epoxy-lycopène	0,03-0,17		

Les principaux caroténoïdes identifiés dans les tomates fraîches ont été quantifiés. Les teneurs répertoriées par plusieurs études sont présentées dans le Tableau 1-3. Ces teneurs sont très variables, comme nous l'avons déjà souligné, les conditions de culture (date de récolte dans l'année, ensoleillement, température, qualité du sol, etc) peuvent affecter grandement la teneur en caroténoïdes.

b- Les composés phénoliques

Une grande diversité de composés phénoliques a été identifiée dans la tomate. Ce sont principalement des acides hydroxycinnamiques, des flavonols et des flavanones, presque tous sous forme glycosylée. En 2006, **Moco** *et al.* ont mis en place une base de données qui a permis d'en répertorier plus de 70 différents composés phénoliques. Ils sont présentés dans le Tableau (1.3).

Tableau1.3: Flavonoïdes identifiés dans les tomates fraîches (Gall, G. et al., 2003)

Classe de flavonoïde	Aglycone
Flavonols	Quercétine
	Kaempférol
	Myricétine
Flavanone	Naringénine
	Phlorétine
Anthocyanidine	Delphinidine
	Pétunidine
	Malvidine

Etant donné la diversité des composés phénoliques présents dans les tomates et le manque de standards disponibles dans le commerce, leur quantification a généralement été réalisée grâce à des méthodes de dosage globales. Seuls les composés majoritaires, et pour lesquels des étalons sont disponibles, ont pu être quantifiés. Les teneurs en acide chlorogénique, rutine et naringénine mesurées dans des tomates fraîches sont présentées dans le Tableau (1.4). (Chanforan C, 2010).

Tableau 1.4 : Teneurs de quelques composés phénoliques dans des tomates fraîches (Capanoglu E. et al., 2008 ; Re R. et al. 2002).

Composé phénolique	Composé phénolique Teneurs (mg/100gde matière sèche)
Acide Chlorogénique	3,67 - 21,0
Rutine	19,8 - 31,23
Naringénine	0 – 22,48

c- Les vitamines

La tomate est reconnue pour sa richesse en vitamine C. Par ailleurs, ce fruit contient aussi des vitamines A, B, K et E. Parmi les vitamines B, sont principalement retrouvées la thiamine (B1), la riboflavine (B2), la niacine (B3), l'acide panthoténique (B5), la vitamine B6 et les folates (B9), dont les teneurs données par les tables de composition USDA sont présentées dans l'annexe A1 (Chanforan C, (2010)).

1.6. Importance de la tomate

1.6.1. Importance alimentaire

La tomate tient une place importante dans l'alimentation humaine. C'est un aliment diététique, très riche en eau et très pauvre en colories, riche en éléments minéraux et en vitamines (A.C.E), ces antioxydants en font un formidable rempart contre les infections (Anonyme, 2009).

1.6.1.1. Propriétés nutritionnelles de la tomate

Contrairement à la plupart des fruits, elle est un aliment très peu énergétique, car prise crue, elle n'apporte qu'environ 15 kcal/100 g et 20 kcal/100 g à l'état cuit (Tableau 1.5). La tomate comme la plupart des légumes, présente une bonne densité nutritionnelle avec : 94% d'eau et 6% de matière sèche composée de 50% de sucres (fructose et glucose), 25% d'acides organiques (acides citriques et maliques), 8% de minéraux, 2% d'acides aminés, de caroténoïdes

et autres métabolites secondaires, c'est aussi une source de fibres (2 g /100g) soit le quart des apports nutritionnels conseillés (**Davies et Hobson, 1981**).

Tableau 1.5 : Valeur nutritionnelle moyenne pour 100g de tomate crue (Anonyme, 2009).

L'élément	La teneur /100g	
Eau	94,5g	
Energie	18Kcal	
Fer	0.4mg	
Calcium	9mg	
Magnésium	11mg	
Potassium	266mg	
Sodium	5mg	
Glucides	2.8g	
Lipides	0.2g	
Protides	0.9g	
Fibres	1.2g	
Vit C	23mg	

1.6.2. Importance économique de tomate

1.6.2.1. Au niveau mondial

La tomate est cultivée dans presque tous les pays du monde avec une production de plus de 140 millions de tonnes. Cette production est répartie dans toutes les zones climatiques, y compris dans des régions relativement froides grâce au développement des cultures sous abri. La tomate est considérée comme la 2ème culture légumière après la pomme de terre de par son volume de production. En effet, près de cinq millions d'hectares (4,98 millions ha) sont réservés annuellement à cette culture avec une production de 140 millions de tonnes et un rendement moyen de 28,3 tonnes à l'hectare (Fao Stat, 2011).

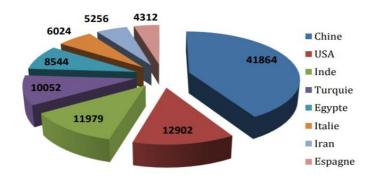


Figure 1.7: Principaux pays producteurs de la tomate (million de tonnes) (Fao stat, 2011).

1.7. Superficies et production de la tomate en Algérie

En Algérie, la tomate ne cesse de gagner une place importante dans l'économie du pays, elle prend la deuxième place en maraîchage après la pomme de terre comme légume de base où la consommation des légumes frais a beaucoup augmenté à la suite du développement démographique galopant.

Pour l'année 2010, la tomate fraiche est cultivée sur l'ensemble du territoire national en vivrière. Quant à la tomate industrielle, elle n'est développée que dans dix-sept wilayas (Skikda, Annaba, El Taraf, Guelma, Jijel, Batna, Souk Ahras, Bejaia, Boumerdés, Chlef, Alger, Blida, Ain Defla, Tipaza, Mostaganem, Mascara et Sidi Bel-Abbés) (Madr, 2010).

Tableau 1.6: Evolution des productions des tomates industrielles (Anonyme, 2007).

	2000/2001	2001/2002	2002/2003	2004	2005	2006
Superficie (ha)	28 864	24 246	24 690	27 307	21 265	10 569
Produits frais (t)	475 643	296 617	413 977	580 078	509 665	247 226
Rendement (t/ha)	16,5	12,2	16,8	21,24	23,97	23,39

Les principaux produits fabriqués sont le simple et double concentré, parfois le triple concentré. Les principales entreprises intervenant dans ce domaine sont données ci-après à titre indicatif, en l'absence d'un recensement exhaustif.

Tableau 1.7: Les entreprises de transformation de tomates industrielle en Algérie (Anonyme, 2009).

Entreprise	Adresse	Ville	Production (t) en 2008	
COJEK	Rte de la Gare BP15- El Kseur	Béjaia	4 932	
JUCOB	RN N° :1 Boufarik 09400	Blida		
NCA	RN : N°5 Rouïba	Alger		
SICAM	Ferme Tarzali centre Ferroukha Soumaa	Blida		
TRISTAR	Sidi Abdelkader Rte de Zabana Ben Boulaid	Blida		
AMOUR	Z.I Amour Noureddine Mouzaia	Blida		
IZDIHAR	Ain Nechma Annaba		40 000	
SIPA	8ème KM Rte de constantine Annaba			
N'GAOUS	Z.I Route Barika BP 7-05600 Batna		1	
SOUMAA	Bd du 1 ^{er} Novembre 54 Berrahal Annaba			
CAB	Bouati Mouhamed Boumahra	Guelma	ma	
HIMANIA	Z.I de Sidi Bel Abess SBA		7 120	
TELLOISE	Z.I BP 103		1	
Total en Algérie			52 052	

1.8. La conserve de tomate

Selon **Appert N** (1800) et **Ball** (1957); les conserves sont des denrées alimentaires d'origine animale ou végétale périssables, dont la conservation est assurée par l'emploi combiné de deux techniques, il s'agit :

- Du conditionnement dans un récipient étanche aux liquides, aux gaz et aux microorganismes.
- Du traitement par la chaleur ou par tout autre mode autorisé par la législation.

Le traitement doit avoir pour but de détruire ou d'inhiber totalement d'une part les enzymes et d'autre part, les micro-organismes et leurs toxines.

1.8.1. Compositions physico-chimiques du concentré de tomate

1.8.1.1. Matière première

Les tomates destinées à la préparation des purées doivent subir une sélection rigoureuse et présenter les critères suivant :

- Fraiches, Marchandes, rouges, et saines.
- Etat de maturité convenable (Anonyme, 1998).

1.8.1.2. Ingrédients

Les ingrédients qui peuvent être ajoutés aux purées de tomates sont les suivants :

- ✓ Le sel de qualité alimentaire (chlorure de sodium).
- ✓ Les aromates, épices naturels ou leurs extrais (Fao/Oms, 1999).

1.8.1.3. Eau de préparation

L'eau est utilisée en grande quantité dans toutes les étapes de la transformation, donc doit être reconnue potable de ce fait, elle doit être exempte de :

- ✓ Micro-organismes pathogènes.
- ✓ Produits chimiques en concentration toxique.
- ✓ Matières ou composés pouvant modifier la coloration, le goût du produit ou ayant un effet défavorable sur la qualité (**Anonyme, 1998**).

1.8.2. Nomenclature des différents produits à base de tomate

La tomate est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la préparation des produits à base de tomates tels que la pulpe, le jus, la sauce, la purée, le concentré et la poudre de tomate (Goloubiev et Chebane, 1988).

La purée de tomate

La purée de tomate concentrée est le produit obtenu par tamisage des fruits frais de tomate, concentré par élimination de l'eau qu'il renferme.

Concentré de tomate

La tomate est concentrée en utilisant des évaporateurs à circulation forcée pour atteindre des concentrations de 22%.

Double concentré de tomate

Les doubles concentrés de tomates sont les concentrés dont le ratio résidu sec/eau est égal à 28 %.

Triple concentré de tomate

Les triples concentrés de tomates sont les concentrés dont le ratio résidu sec/eau est égal à 36 %.

La pulpe de tomate

Il s'agit de tomates écrasées avant ou après élimination des peaux et des graines.

Transformation de tomate en confiture

En France, la confiture de tomates vertes est plus répandue tandis qu'en Amérique du Sud, c'est la confiture de tomates rouges qui est plus populaire, notamment en Argentine où elle est parfumée avec des clous de girofle et du sucre roux.

1.8.3. Caractéristiques du concentré de tomate

1.8.3.1. Caractères organoleptiques

Les caractéristiques organoleptiques concernant la couleur, la texture, la saveur et l'odeur du concentré de tomates sont représentées dans le tableau (1.8).

Tableau 1.8: Caractéristiques organoleptiques (Rey Y et Castes C, 1965).

Couleur	-Rouge caractéristique de tomate mures.
Texture	-Sensiblement homogènepas de séparation en deux phases liquide et solide.
Saveur -absence de saveurs étrangères -Notamment le gout de brûlé ou de caramel.	
Odeur	-absence d'odeurs étrangères ou anormales.

1.8.3.2. Caractères physico-chimiques

Les caractères physico-chimiques des teneurs en résidus secs des concentrés de tomates sont rapportés dans le tableau (1.9).

Tableau 1.9: Teneur en résidus sec (%) du concentré de tomate (Anonyme, 1998).

Caractère	Teneur de résidus secs	
Teneur minimum en sucres totaux.	45%	
Acidité totale maximum (exprimé en acide citrique hydrate).	10%	
Teneur maximum en impuretés minimales insolubles.	0.1%	
Acidité totale maximum (acide acétique).	1%	
Teneur en sel alimentaire.	3 à 15%	

1.8.3.3. Caractéristiques de la tomate destinée à la transformation

Les tomates utilisées pour la préparation de concentré doivent répondre à certains nombre de critères de qualité, les fruits doivent être fermes, sains, résistants à l'éclatement et l'écrasement au moment de la récolte, durant le transport et le stockage. Cependant, d'autres critères sont à considérer:

✓ Calibre de fruit

Le fruit doit être de grand calibre, ce qui se traduit par une diminution de la main d'œuvre à la récolte et au triage (Miladi, 1970).

✓ pH

Le pH du produit à transformer doit être inférieur à 4,5 de façon à limiter le temps de stérilisation nécessaire pour préserver la qualité du produit fini.

✓ Couleur du fruit

La couleur doit être d'un rouge caractéristique aussi bien pour la peau du fruit que pour la pulpe (**Miladi, 1970**).

✓ Extrait sec

L'extrait sec total du fruit de tomate est essentiel pour l'élaboration du concentré, plus l'indice réfractométrie est grand, moins il faut de kg de tomate fraîche pour fabriquer 1 kg de double concentré à 28 %.

✓ Pectines

Le fruit doit avoir une teneur élevée en substances pectiques (1,2 à 1,5 %) afin d'augmenter la consistance du produit fini (**Miladi, 1970**).

✓ L'acidité

Même importance que le pH, la teneur en acide citrique dans la tomate ne doit pas être inférieure à 0.35 %.

Tableau 1.10 : Les valeurs nutritionnelles moyennes pour 100 g des concentrés de tomates.

Constituants	Quantité	
Protéines	2.30 g	
Lipides	0.5 g	
Glucides	5.55 g	
Acide organique	1.04 g	
Minéraux	1.70 g	
Sodium	590 mg	
Potassium	1.16 g	
Magnésium	32 g	
Calcium	60 g	
Fer	1 g	
Phosphore	34 mg	
Equivalent rétinol	206.67μg	
Carotènes totaux	1.24 mg	
Vit B1	93 μg	
Vit B2	58 μg	
Vit B6	180 mg	
Nicotinamide	1.48 mg	

Dans ce chapitre, nous allons faire une vue d'ordre générale sur les composés phénoliques et une présentation des deux plantes testées comme antioxydantes: la vigne et le Romarin, leurs familles et leurs diverses espèces, leurs propriétés morphologique et chimique ainsi que leurs usages.

2.1. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des composés chimiques caractérisés par la présence d'un noyau benzénique portant un ou plusieurs groupements hydroxyles, pouvant être acylés ou glucosylés.

Ce sont des molécules biologiquement actives, synthétisées par les plantes aussi bien au cours du développement normale que dans les conditions de stress. Chez la plante, les polyphénols contribuent dans le développement, la reproduction, la croissance cellulaire, l'organogenèse, la floraison et la lignification.

Cette famille de métabolites secondaires est la plus répandue parmi les végétaux. Certains auteurs classent les polyphénols en 9 familles en se basant sur le squelette carboné des molécules (C6-C1, C6-C3, C6-C4, C6-C1-C6, C6-C2-C6, C6-C3-C6) (Annexe A1) alors que d'autres utilisent seulement 4 familles (les acides hydroxybenzoïques, les acides hydrox cinnamiques, les stilbènes et les flavonoïdes).

Comme ces molécules constituent la base des principes actifs que l'on trouve chez les plantes, elles ont un rôle principale à la vie de la plante, à la défense contre les pathogènes; principalement, les moisissures et les bactéries phytopathogènes et la protection contre les rayonnements UV; sachant que tous les composés phénoliques absorbent les rayonnements solaires (Sarni-Manchado et Cheynier, 2006).

2.1.1. Classification des polyphénols

Les composés phénoliques peuvent être regroupés en de nombreuses classes qui se différencient d'abord par la complexité du squelette de base (allant d'un simple C6 à des formes très polymérisées), ensuite par le degré de modification de ce squelette (Degré d'oxydation, d'hydroxylation, de méthylation...), enfin par les liaisons possibles de ces molécules de base avec d'autres molécules (glucides, lipides, protéines...) (Harborne, 1989; Macheix et al, 1990).

Les polyphénols sont en général classés en flavonoïdes, non flavonoïdes et coumarines.

Les composés non-flavonoïdes regroupent les acides phénoliques ainsi que les stilbènes. Ils ne possèdent pas de squelette « flavone ».

Les flavonoïdes sont caractérisés par une structure du type C6-C3-C6, soit deux cycles aromatiques reliés par trois carbones. Ils sont responsables de la couleur variée des fleurs et des fruits et représentent une source importante d'antioxydants dans notre alimentation.

Les coumarines ont été isolées pour la première fois en 1820 par Vogel, leur squelette de base est constitué de deux cycles accolés de type C6-C3, avec neuf carbones.

Composés non flavonoïdes

a- Les acides phénoliques

Les phénols ou les acides phénoliques sont des petites molécules constituées d'un noyau benzénique et au moins d'un groupe hydroxyle, elles peuvent être estérifiées, éthérifiées et liées à des sucres sous forme d'hétérosides, leur biosynthèse dérive de l'acide benzoïque et de l'acide cinnamique (Wichtl et Anton, 2009).

Acide benzoïque

Acide cinnamique

Figure 2.1: Structure de base des acides benzoïques et cinnamique (Bruneton, 2009).

b- Les stilbènes

Les stilbènes sont des phytoalexines produites par les plantes (Figure 2.2), des composés produits par les plantes en réponse à l'attaque par les microbes pathogènes fongiques, bactériens et viraux. Ce sont des composés phénoliques naturels, contenant au minimum deux noyaux aromatiques reliés par une double liaison, formant un système conjugué.

Figure 2.2: Structures chimiques de quelques stilbènes.

Les membres de cette famille possèdent la structure C6-C2-C6 comme les flavonoïdes. Les sources principales des stilbènes sont les raisins, les vins, le soja et les arachides (**Crozier et al. 2006**).

Composés flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des produits largement distribués dans le règne végétal et sont couramment consommés quotidiennement sous forme de fruits, légumes et boissons telles que le vin et le thé, ils pourraient exercer une multitude d'activités biologiques, notamment des propriétés antioxydantes, vasculoprotectrices, antihépatotoxiques, anti-inflammatoires, et même antitumorales significatives (https://link.springer.com/article/10.1007/s10298 -005-0096-8).

Les composés flavonoïdes sont formés d'un squelette de base à 15 carbones (C6-C3-C6), correspondant à la structure de la 2-phényl-benzopyrone (Figure 2.3) (**Bourzeix**, **1986**).

Figure 2.3 : Structure générale des flavonoïdes.

a. Anthocyanosides

Ce sont des pigments rouges, roses, mauves, pourpres, bleus ou violets de la plupart des fleurs et des fruits (**Bruneton**, 1993). Ils sont caractérisés par l'engagement de l'hydroxyle en position 3 dans une liaison hétérosidique (les anthocyanosides) (Figure 2.4).

$$R_1$$
 OH OGlucose

Figure 2.4: Structure des anthocyanosides.

Leurs génines (Les anthocyanidols) sont des dérivés du cation flavylium. Ces pigments représentent des signaux visuels qui attirent les animaux pollinisateurs (insectes, oiseaux) (Brouillard et al. 1997 in Bahorum, 1997).

b. Tanins

Tanin est un terme provenant d'une pratique ancienne qui utilisait des extraits de plantes pour tanner les peaux d'animaux (**Hopkins**, 2003). Les plantes riches en tanins sont utilisées pour retendre les tissus souples et pour réparer les tissus endommagés par un eczéma ou une brûlure, elles rendent les selles plus liquides, facilitant ainsi le transit intestinal (Figure 2.5) (**Bruneton**, 1993; **Cowan**, 1999; **Iserin et al. 2001**).

Figure 2.5 : Structure chimique des acides gallique et ellagique.

c. Les flavonols

Les flavonols sont des pigments jaunes caractérisés par la présence d'une fonction carbonyle sur l'hétérocycle central. Ils peuvent être liés à un sucre, le plus souvent le glucose. Comme les anthocyanes, ils jouent un rôle de protection contre les UV et d'antioxydant.

Les coumarines

Sont considérées comme des phytoalexines, c'est-à-dire des métabolites que la plante synthétise en grande quantité pour lutter contre une infection causée par des champignons ou par des bactéries.

Figure 2.6 : Structures de coumarines (génines).

2.1.2. Effets biologiques des polyphénols

Les composés polyphénoliques sont d'ailleurs de plus en plus utilisés en thérapeutique (Crozier et al., 2010). De nombreux travaux suggèrent que les polyphénols participent à la prévention des maladies cardio-vasculaires (Manach et al., 2005). Leur consommation se traduit par une augmentation transitoire de la capacité antioxydante du plasma dans les heures qui suivent le repas. Parvenus au niveau des artères, ils préviennent l'oxydation des lipoprotéines de faible densité (LDL).

Les phénols possèdent des activités anti-inflammatoires, antiseptiques et analgésiques (médicament d'aspirine dérivée de l'acide salicylique) (**Iserin et al. 2001**).

Ces composés montrent des activités antioxydantes (Gomez-Caravaca et al., 2006; Xiuzhen et al.,2010), anticarcinogènes, antiinflammatoires, antiathérogènes, antithrombotiques, analgésiques, antibactériennes, antiviraux (Babar Ali, et al.,2007), anti-allergènes, vasodilatateurs (Falleh et al.,2008; Hodgson, 2010) (Figure 2.6).

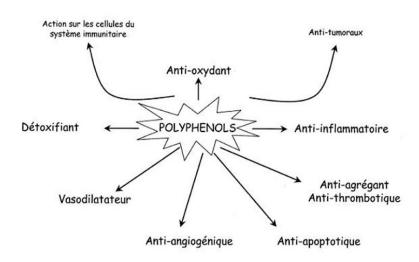


Figure 2.7: Effets biologiques des polyphénols (Martin et Andriantsitohaina, 2002).

2.2. Généralités sur Vitis vinifera

2.2.1. Définition

La vigne est une plante sarmenteuse, vivace, qui peut demeurer en place plusieurs dizaines d'année, de 40 à 60 ans en moyenne, dans les conditions normales de culture. Elle appartient à la famille des Vitacées (Ampélidacées), existe principalement dans les régions tropicales et subtropicales du globe, ainsi que dans les climats tempérés (**P. Galet, 1988**).

C'est une espèce cultivée depuis des temps immémoriaux en Europe, dans l'ouest de l'Asie (Moyen-Orient, Caucase) et le nord de l'Afrique http://alger-roi.fr/Alger/agriculture algérienne/textes/vigne-oflac.htm.

La viticulture en Algérie remonte à l'Antiquité et particulièrement à la colonisation romaine. À l'époque de la colonisation française le vignoble de l'Algérie a atteint 396000 hectares pour une production annuelle de vin allant jusqu'à 18 millions d'hectolitres. L'Algérie reste aujourd'hui le deuxième plus gros producteur de vin en Afrique après l'Afrique du Sud http://fr.wikipidia.org/wiki/vitis-vinifera.

2.2.2. Historique

On admet que sa culture débuta, il y a quatre mille ans à partir des espèces sauvages du Proche- Orient (Caucase, Asie Mineure, Iran). La culture de la vigne, pratiquée en Palestine à 1'époque biblique, fut introduite dans le reste du bassin méditerranéen par les marins phéniciens. Les Grecs cultivaient la vigne et cette plante fut plus tard adoptée par les Romains.

Pour l'Algérie spécialement et l'Afrique du Nord généralement (les pays du Maghreb), le raisin était consommé depuis la plus haute Antiquité, mais il s'agissait essentiellement de vignes sauvages dont les petites grappes, aux grains compacts et au goût âpre, qui étaient dégustées fraiches ou séchées au soleil.

Après la conquête de l'Afrique du Nord par les musulmans, auxquels leur livre saint interdit la consommation du vin, les populations indigènes ne s'intéressent plus à la vigne que pour la production du raisin frais, qu'elles apprécient particulièrement.

A l'arrivée des français en Algérie, en 1830, la vigne ne couvre que 2.000 ha. En 1861 la vigne ne couvre encore que 6.500 ha. C'est grâce aux découvertes de Pasteur sur les fermentations alcooliques (1857) qui permettent dorénavant de vinifier en pays chauds; puis à partir de 1864 le vignoble Algérien a pris son essor jusqu'à devenir l'un des éléments prépondérants de la mise en valeur et de la richesse du pays.

Fin 1952, jusqu'à l'indépendance en 1962 la vigne couvre à nouveau près de 400.000 ha du territoire Algérien, mais 367.000 ha seulement sont en production, et il faudra attendre plusieurs années encore pour que le potentiel de production 1968 soit complètement reconstitué et devint alors la deuxième source de revenus en devises pour le trésor public.

Dans les années 2000, des plantations reprennent, notamment dans la région d'Aïn Témouchent, qui tend à devenir le centre viticole de l'Algérie.

Le vignoble mondial s'étend sur les cinq continents et sa surface est de 8 millions d'hectares, la production annuelle mondiale de raisins est estimée à 692 millions de quintaux et 265 millions d'hectolitres de vin.

2.2.3. Ampélographie (classification)

La vigne est un arbrisseau sarmenteux de la famille des Vitacées (*Vitaceae*), précédemment appelée *Ampélidacées* largement cultivée pour ses fruits en grappes, le raisin, dont on tire le vin. Il en existe d'innombrables variétés cultivées appelées cépages : Cabernet, Chardonnay, Merlot, Pinot, Sauvignon, etc.

2.2.4. Les différentes espèces de vigne

La vigne appartient à la famille des Vitacées. Les plantes de cette famille sont des Arbrisseaux grimpants, comme des lianes, à tige le plus souvent sarmenteuse mais parfois herbacée (Figure 2.8).

La famille comprend dix-neuf genres, le genre Vitis, auquel appartiennent les vignes cultivées :

- ✓ Les vignes américaines : Les principales espèces utilisées ont été *V. riparia*, *V. labrusca*, *V. berlandieri*, *V. rupestris*, et secondairement *V. candicans*, *V. cordifolia*, *V. longii*, *V. aestivalis* (Galet, 1993).
- ✓ Les vignes asiatiques: comprennent plus de vingt espèces, Parmi ces espèces, *V. amurensis* a été utilisé dans certains pays comme géniteur pour l'obtention de nouvelles variétés en raison de sa résistance au froid hivernal (**Reynier**, 2007).
- La vigne européenne ne comprend que l'espèce *Vitis vinifera* cultivée (*sativa*) et sauvage (*silvestris*). La vigne cultivée comprend des milliers de variétés ou cépages (**Huglin et Schneider**, **1998**). Ces cépages peuvent être classés selon la destination du produit en cépages de table, utilisés directement dans l'alimentation (ex: Cardinal, Chasselas), cépages destinés au séchage, utilisés pour la production de raisin sec (ex: Sultanine), cépages de cuve, utilisés dans l'élaboration du vin (ex: Cabernet-Sauvignon, Chardonnay) et cépages de chaudière, destinés à la production des alcools (Cognac, Armagnac) (**Galet**, **1993**).

2.2.5. Morphologie de la vigne et description

La vigne est un arbrisseau dont une espèce cultivée produit le raisin que l'on consomme fruit au dont le mout fermenté fournit le vin. Les raisins sont des baies de forme et de couleur variables contenant des catéchines, du resvératrol et des anthocyanes, dont la consommation pourrait améliorer la santé cardiovasculaire et les fonctions cognitives.

Les tiges aoûtées portent le nom de sarment, les tiges de l'année encore vertes, non aoûtée portent le nom de rameau (Viticulture Morphologie et anatomie de la vigne, École du vin Muscadelle, www.ecole-muscadelle.fr muscadelle24@orange.fr).



Figure 2.8: Vitis vinifera.

2.2.6. Utilisations de la vigne

- Production de boissons
- Pétillant de raisin.
- Jus de raisin.
- Vinaigre.
 - Autres dérivés alimentaires
- huile de pépins de raisin.
- le pépin torréfié fournit un succédané (substitut) de café.
- gelées et confitures.
- conserves au sirop et à l'alcool.
- Production de raisin frais (raisin de table).
- Production de raisins secs.
 - Pharmacopée
- Partie utilisée : sève, feuille.

- Propriété : Astringent, anti inflammatoire.
- Mode d'emploi : Décoction.

2.2.7. La composition chimique de la vigne

Le raisin, fruit de la vigne, contient à sa maturité principalement de l'eau et des sucres (glucose, fructose, pectine et polysaccharides). Il possède aussi d'autres composés comme, des terpènes (citrol, geraniol...), des flavones, des aldéhydes (éthanal, propanal, vanilline...), des anthocyanes (responsables de la couleur) et des tanins.

2.2.7.1. Les compositions phénoliques de la vigne

Le raisin est une source riche en polyphénols. Ces derniers sont une classe de molécules très riches en composés caractérisés par la présence d'un ou plusieurs cycles aromatiques. Aujourd'hui, plus de 8000 structures sont connues.

Dans le raisin et le vin, les polyphénols sont en général classés en flavonoïdes et non flavonoïdes, les flavonoides sont principalement des flavones, flavonols, flavan-3-ol et des anthocyanes. Les composés non flavonoïdes principaux retrouvés dans le raisin et le vin sont les tanins, les acides phénols et les stilbènes.

Les composés non-flavonoïdes

Les stilbènes les plus abondants dans le raisin sont le trans-resvératrol (Frémont, 2000; amira, 2006) et son dérivé glucosylé : le picéide (Jeandet et al, 1991; Waterhouse & Lamuela-Raventos, 1994), ainsi que les dimères: le resvératrol trans-déhydrodimère et l'ɛ-viniférine (Figure 2.8) (Sarni & Cheynier et al, 2006). Ces composés sont stockés dans la vacuole et pourraient être présents dans le noyau et la membrane plasmique (Peer et al. 2001).

La quercétine, le kaempférol, la myricétine, l'apigénine et la lutéoline sont présents sous forme aglycone ou glycosylée dans les feuilles (Hmamouchi et al. 1996 ; Guidoni et al. 1997 ; Monagas et al. 2006).

La lutéoline, la quercétine-3-O-glucoside et la dihydroquercétine, sont aussi mentionnées dans les sarments (**Püssa et al. 2006**; **Çetin et al. 2011**). La Figure (2.8) présente la structure de la quercétine et du kaempférol.

Figure 2.9: Structure de deux flavonols de la vigne.

2.2.8. Les propriétés curatives de la vigne

Les propriétés curatives de la vigne sont largement associées aux activités biologiques du resvératrol. A ce jour, les principales activités biologiques du resvératrol répertoriées sont:

a. Activité anti-oxydante

Les principales activités biologiques attribuées au resvératrol présent dans la vigne sont essentiellement dues à son activité antioxydante (**Orallo**, **2006**). Cette capacité antioxydante évaluée par piégeage des radicaux libres et par chélation ce qui permet de piéger l'anion superoxyde qui est une espèce souvent à l'origine des dégâts oxydatifs (**Holvoet**, **2004**).

b. Le domaine cardiovasculaire

En inhibant l'oxydation lipidique, le resvératrol réduit les dépôts de cholestérol dans les artères et diminue ainsi les accidents cardio-vasculaires (Holvoet, 2004).

c. L'activité anticancéreuse

C'est dans ce domaine que les travaux effectués ont été les plus nombreux. Le resvératrol présente des propriétés anticancéreuses, grâce à sa capacité de supprimer la prolifération d'une grande variété de cellules tumorales, y compris les cancers lymphoïdes et myéloïdes; cancers du sein, prostate, estomac, côlon, pancréas, et thyroïde; mélanome; carcinome de cellules de tête et de cou; carcinome ovarien et carcinome cervical (Jang, 1997).

2.3. Généralités sur le Romarin

2.3.1. Définition

Le Romarin ou *Rosmarinus officinalis* est une plante des coteaux arides garrigues et lieux rocheux de la région Méditerranéenne (Figure 2.10) et même un peu plus au sud jusqu'aux confins sahariens depuis l'antiquité, il est employé pour améliorer et stimuler la mémoire encore

aujourd'hui en Grèce, les étudiants en font brûler dans leur chambres en période d'examens (Boulard., 2010).



Figure 2.10: Rosmarinus officinalis L.

Le nom « Rosmarinus » dérive du latin « Rose » = rosée et « Marinus »= marin. Il en existe plusieurs espèces, tous sont remarquables par leur odeur forte et aromatique.

2.3.2. Historique et origine

Le Romarin est un symbole des fêtes, funéraire, il était abondamment utilisé pour confectionner des couronnes. Tout d'abord destinées à parer les jeunes épouses lors de la cérémonie, ces feuilles ont par la suite orné les têtes des étudiants en Grèce, car le romarin était reconnu pour avoir une action stimulante sur les fonctions mentales. C'est grâce à l'énigmatique reine Donna Isabella de Hongrie qu'il a véritablement pris ses lettres de noblesse (**Bellakhder Jamal, 2006**).

2.3.3. Nomenclature de la plante

• Nom arabe : إكليل الجبل

• Noms français: Romarin, Encensier, Herbe aux couronnes, Herbe des troubadours

• Noms locaux (vernaculaire arabes): Iklil aljabel, Hatssa louban, Hassalbab et Klil

• Noms targui (ou berbères) : Lazir, Azir, Ouzbir, Touzala

• **Nom anglais :** Rosmary

• **Nom scientifique :** *Rosmarinus officinalis* L.

2.3.4. Description botanique, répartition géographique et habitats

Le Romarin est cultivé pour ses feuilles aromatiques et pour son huile volatile, présente dans les poils glanduleux. C'est un arbrisseau touffu toujours vert de 0,5 à 1,5 m de hauteur. Ses

tiges ligneuses sont pourvues de feuilles persistantes, sessiles, coriaces, étroites, de 2 à 3 cm de long, (Quezel P., et al., 1963; Perrot et Paris R., 1971; Benezra C. et Guerin B., 2002).

2.3.5. Récolte

Le Romarin fleurit de janvier jusqu'à l'automne, c'est presque toute l'année que l'on peut en faire la cueillette, toutefois la meilleure époque en vue de la distillation s'étend de Mai à juillet et même jusqu'à septembre. La parfumerie demande toute la plante fleurie, coupée par un temps chaud et sec (**Perrot et Paris R., 1971**).

2.3.6. Classification

2.3.6.1. Classification classique

La classification des lamiacées selon Quezel et Santa

- **Règne** Plante

- **Embranchement** Spermaphytes

- **Sous embranchement** Angiospermes

Classe Dicotylédones

Ordre Tubiflorales

Sous ordre Lamiales

Famille Lamiacées

Genre Rosmarinus

- **Espèce** Rosmarinus officinalis

2.3.7. Propriétés du Romarin

✓ Activité antibactérienne

Les effets des extraits aqueux et méthanoïques du Romarin, sur l'activité extracellulaire de l'enzyme glucosyltransferase ont été étudiés et les résultats ont suggéré que les extraits du Romarin peuvent empêcher la lésion de la carie en inhibant la croissance du Streptococcus Sobrinus (**Tsai et al., 2007**).

L'extrait obtenu par le dioxyde de carbone (CO₂) supercritique du Romarin, a présenté un large spectre antimicrobien. La croissance de 28 sur 29 germes a été empêchée par cet extrait d'acide carnosique (Weckesser et al., 2007).

✓ Activité antifongique

La biosynthèse de l'aflatoxine a été inhibée totalement par l'huile essentielle du Romarin à une concentration de 450 ppm. Selon les résultats indiqués, le potentiel de cette huile essentielle est en tant que préservatif naturel contre l'Aspergillus parasiticus. (Rasooli et al., 2008).

Les résultats d'analyse ont montré également que l'huile de Romarin a une activité inhibitrice modérée sur les cinq levures (Candida albicans, Rhodotorulaglutinis, Schizosaccharomycespombe, accharomycescerevisiae, Yarrowialypolitica) examinées (Sacchetti et al 2005).

✓ Activité antivirale

Selon **Parnham et Kesselring** (1985) l'acide rosmarinique et l'acide Carnosique possèdent des propriétés antivirales incluant le virus type 1(HIV-1); par ailleurs, l'extrait de romarin (2-100 mg/ml) inhibe in vitro la formation du virus de l'Herpes simplex type 2. (**Parnham, M.J., Kesselring, 1985).**

✓ Activité ovicide

Gillj (2007) et Prajapati (2005) Ont trouvé que l'huile de Romarin présente une activité répulsive contre les moustiques (*Aedesazgypti*).

✓ Activité anti-oxydante

L'activité anti-oxydante du Romarin est connue depuis environ 30 années. En raison de ses propriétés anti-oxydantes, le Romarin est largement accepté en tant qu'épice dont l'activité anti-oxydante est la plus élevée (Wang et al., 2008).

Plusieurs auteurs ont étudié l'utilisation des extraits du Romarin comme antioxydant pour conserver les produits à base de viande (Balentine et al., 2006; Fernadez-Lopez et al., 2005; Sebrotynek et al., 2005).

D'autres extraits de romarin ont montré une activité antioxydante dans le saindoux, le colza et le tournesol à 100°C à 0.005% (Marinova E et al., 1991).

En outre, l'extrait de romarin, à des concentrations de l'ordre de 2500 ppm, a montré une plus grande capacité antioxydante que le BHT et BHA, dans les saucisses de porc fraiches et congelées. Dans certaines études, l'extrait de romarin a aussi montré une activité antioxydante plus élevée que le carnosol et l'acide rosmarinique. (Edwin N. et al., 1996; Basga H. et al., 1997).

✓ Activité antimicrobienne

Il a été rapporté que certains composés de l'extrait de romarin ont des propriétés antimicrobiennes (Cuvelier, M.E., 1996; Del Campo, J., 2000; Djenane, D., 2002; Fernandez-Lopez, J., et al., 2005). Les composés responsables de cette activité sont des diterpènes phénoliques: le Carnosol et l'acide Carnosique, l'α-pinène, l'acétate de bornyl, le camphore et le 1,8-cineole (Daferera, D. J., 2003).

✓ Activité anti-tumorale

Il a été bien prouvé que les antioxydants présentent des activités anticancéreuses non seulement en piégeant des ERO, mais aussi en augmentant la réponse immunitaire. **Shklar G.(1998) et Singletary (1991)** rapportent que l'administration de 1% d'extrait de Romarin à des femelles de rats (Sporague-Dawley) réduit l'incidence des tumeurs des glandes mammaires de 47% après 16 semaines de la date de l'inoculation du produit. Parallèlement (**Barnes, J., 2007**) affirme que l'extrait de romarin à une concentration de 50 μ g/ml inhibe jusqu'à 87% les cellules cancéreuses KB, et que ses huiles volatiles (1.2–300 mg/ml) sont toxiques vis à vis des cellules leucémiques L-1210.

✓ Activité anti-inflammatoire.

Il a été montré que l'application locale de l'extrait méthanolique du romarin (3,6 mg/ml) sur des souris deux fois par jour pendant quatre jours, inhibe l'inflammation de la peau et l'hyperplasie (**Barnes, J., 2007**).

✓ Activité anti- hyperglycémique.

Le *Rosmarinus officinalis* est utilisé en médecine traditionnelle populaire turque pour le traitement de l'hyperglycémie; Une étude portant sur l'effet des différentes doses d'extrait de romarin (50, 100, 200 mg/kg) administrées a deux lots de lapin, l'un hyperglycémique et l'autre normal, a révélé que la dose de 200 mg/kg a un effet hypoglycémique optimal chez tous les lapins et que cette activité est indépendante de l'effet de l'insuline (**Bakirel, T., 2008**).

Le Romarin possède également une activité anti-hépatotoxique (**Setelo-Felix et al., 2002**), une activité –neurodégénérative (**Fawcett et al., 2002**) et une activité anti-cancérogène puisqu'il est considéré comme une thérapie contre le cancer (**Atik Bekkara., et al., 2007**).

2.3.8. Formes d'utilisation

Il est utilisé sous diverses formes:

- ✓ **Décoction** : le faire bouillir dans l'eau.
- ✓ Infusion : le mettre dans un liquide initialement bouillant et le laisser refroidir afin qu'il libère tous les éléments actifs.
- ✓ Autres : sous forme d'huile essentielle (en distillant les feuilles), épice, gélules ou bains.

2.3.9. Composition chimique du Romarin

D'après **Xiao et al.** (2008) le métabolisme de *Rosmarinus officinalis* est dominé par 33 métabolites incluant les sucres, les acides aminés, les acides organiques, les acides et les diterpènes phénoliques. En comparant avec l'extrait aqueux, ces auteurs ont remarqué que l'extrait méthanolique contenait un taux élevé en acides phénoliques, mais un niveau bas en Fructose, Glucose et Citrate. Récemment l'existence d'une quantité significative (2883 μg/g tissus) d'α-tocophérol dans les feuilles de romarin a été rapportée par plusieurs chercheurs. (**Horvath et al., 2006**).

Les feuilles de *Rosmarinus officinalis* contiennent environ 50% d'une essence spéciale à odeur aromatique, composée de pinène, de camphène, de bornéol, d'acétate, de valérianate de bornyle, de cinéole et de camphre ordinaire. (**Beloued, 2001**).

Dans la région de Murcia (Espagne), **Viuda-Martos et al.** (2007), ont pu identifier trenteneuf composés distincts dans l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis*: les composés majeurs sont le α - pinène (36.42%), le camphore (15.65%), le 1,8-cineole (12.02%) et le camphene (11.08%). **Dellacassa et al.** (1999) ont investi dans la composition chimique de l'huile essentielle des feuilles d'un cultivar de *Rosmarinus officinalis* ayant poussé dans différentes régions de l'Uruguay et dans le sud du Brésil, où ils ont trouvé que l'huile d'Uruguay était riche en α -pinène (37.8–46.2%) et le 1,8- cineole (13.4–13.8%), alors que celui cultivé au Brésil contenait 32.2% d' α - pinène et 14.7% de 1,8-cineole.

Soliman et al. (1994) ont pu identifier au moyen de la GCMS, 43 et 37 composés dans l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des feuilles fraîches de *Rosmarinus officinalis* collectées dans les régions de Sinaï et Guiza (Egypte).

Boutekedjiret et al (1998) ont analysé l'huile essentielle obtenue à partir des fleurs de romarin d'Algérie, dans laquelle plus de 90% des composants ont été identifiés, dont 52,4% de 1,8-cinéole et 12,6% de camphore.

2.3.9.1. Les diterpènes phénoliques

Les principaux antioxydants dans *Rosmarinus officinalis* sont les diterpènes phénoliques: l'acide Carnosique et le Carnosol dont 90% de l'activité antioxydante leur est attribuée (**Lo et al., 2002**). L'extrait du romarin d'Espagne par exemple contient entre 20 et 30 % d'acide Carnosique et seulement 1 % d'acide Rosmarinique et 0,5 à 1,5% de Rosmanol (**Frutos et Hermandez – Herrero, 2005**).

L'acide Carnosique est un puissant antioxydant. Son activité antiradicalaire est due surtout à la présence, dans sa molécule, de deux groupements hydroxyles au niveau du carbone C 11 et C 12 (**Richheimer et al., 1999**). Il joue un rôle important dans des conditions de sécheresse et de forte luminosité qui favorisent la formation d'oxygène actif (**Munné-Bosch et al., 1999**) (**Tableau 2.1**).

Selon plusieurs auteurs, le Carnosol provient de la dégradation oxydative de l'acide Carnosique (Schwarz et al., 1992; Chan et al., 1995). En effet, des recherches ont démontré l'instabilité de l'acide Carnosique en présence de l'oxygène, (Inatani et al., 1983; Schwarz et al., 1992; Almela et al., 2006). Plusieurs travaux de recherches ont d'ailleurs montré que les feuilles de romarin fraîchement coupées ne contenaient pas le Carnosol; ce n'est que lorsque ces feuilles sont soumises à des opérations d'extraction aux solvants ou que les extraits eux-mêmes sont soumis aux opérations classiques de fractionnement, d'enrichissement et de purification qu'elles en contiennent (Wenkert, 1965).

Tableau 2.1: principaux composés identifiés dans l'extrait de Rosmarinus officinalis (Almela et al. 2006).

Type of compound	Chemical structure	Related compounds (common name)
Phenolic acids	HO Rosmarinic acid	
Diterpenes	HO, OH CH ₃ CH ₃ CCH ₃ Carnosic acid	
Flavones	HO CH	6-Hydroxyluteolin 7-glucoside Genkwanin (7-methyl ether) 4'-Methoxytectochrysin (4',7-dimethyl ether) Homoplantaginin (6-methyl ether,7-glucoside) Scutellarein (6-hydroxy)
	о́н о́ Apigenin	4',5,7,8-Tetrahydroxyflavone (8-hydroxyapigenin) Cirsimaritin (6,7-dimethyl ether)

Le Carnosol se dégrade par la suite pour donner naissance à d'autres diterpènes phénoliques (Tableau 2.1) possédant la structure δ-lactone ou γ-lactone comme le Rosmanol, l'Epirosmanol, l'Epiisorosmanol, le Rosmadial et le Methyl carnosate mais présentant toujours une activité antioxydante (Schwarz et al., 1992 ; Almela et al., 2006 ; Doolaege et al., 2007) Figure (2.11).

Selon **Ibanez** (2005) le type et le nombre des produits de décomposition dépendent de l'origine, de la méthode d'extraction et des techniques d'analyses utilisées pour l'identification. Cependant les conditions d'extraction comme le solvant, la température, la verrerie influencent également la stabilité de l'acide Carnosique et celle des produits de décomposition (**Thorsen et Hildebrandt**, 2003).

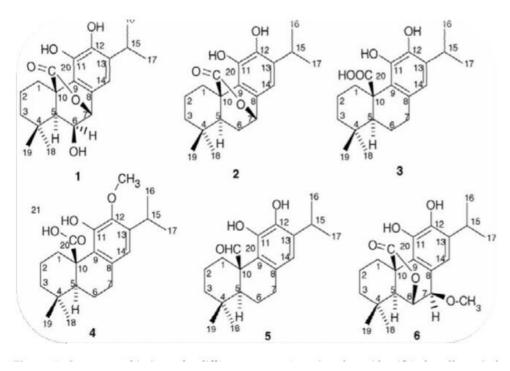


Figure 2.11: structure chimique des différents composés antioxydants identifier dans l'extrait de romarin (Almela et al, 2006) 1-Epiisorosmanol, 2-Carnosol, 3-Acide Carnosique, 4-Acide1, 2-Methoxy-Carnosique, 5-Carnosaldehyde, 6-Méthyle Ether Epirosmanol.

2.3.9.2. Les acides phénoliques.

Les principaux acides phénoliques trouvés dans les extraits de *Rosmarinus officinalis* sont l'acide Vanillique, l'acide Caféique, l'acide Chlorogénique, l'acide Rosmarinique, l'acide Quinique et l'acide Syringique (**Xiao et al., 2008**).

L'un des principaux acides phénoliques du romarin est l'acide Rosmarinique; d'ailleurs **Regnault-Roger et al (2004)** avaient enregistré 5.67 mg d'acide Rosmarinique/g de matière sèche (43,6%) et seulement 0.87mg d'acide Caféique et ses dérivés /g de matière sèche (6,7%) dans les feuilles séchées de romarin.

Scarpati et Oriente (1958), isolait pour la première fois l'acide Rosmarinique pur à partir de *Rosmarinus officinalis* d'où son appellation; ils ont défini sa structure comme étant un ester de l'acide Caféique et du 3,4 acide Dihydroxyphenyllactique.

Actuellement il est défini comme étant un Phenylpropanoïde provenant de la Phénylalanine et de la Tyrosine (**Petersen et Simmond, 2003**).

Une multitude de fonctions biologiques sont attribuées à ce composé ; son principal rôle biologique chez les plantes est un rôle de défense contre les herbivores (**Bult et al., 1995**). C'est

aussi un anti-inflammatoire et un antithrombotique (Zou et al., 1993), un antimutagène et antioxydant (Parnham et Kesselring, 1985), ce composé induit l'apoptose en générant les espèces réactives à l'oxygène d'où son effet antimicrobien et antiviral (Hooker, 2001; Mazumder et al. 1997; Parnham et Kesselring., 1985).

2.3.9.3 Les Flavonoïdes

Frutos et al(2005) et Almela et al (2006) avaient trouvé que les Flavonoïdes sont présents naturellement dans le *Rosmarinus officinalis*, principalement des Flavones de type Apégénine comme la Genkoanine et ses dérivés et le Cirsimariten. Le type Lutéoline et ses dérivés, ont été également trouvés en abondance dans cette espèce (**Tableau 1**). En plus de leur activité antioxydante, ces Flavonoïdes, possèdent plusieurs fonctions biologiques ; anti-mutagenèse, anticarcinogenèse, anticarcinogenèse, anti-vieillissement (**Choi et al, 2001**).

2.3.9.4. Les sels minéraux.

Cette espèce s'avère être très riche en minéraux, notamment le Zn, le Mn, le Cu, et le Ca. **Ozcan (2004)** rapporte que le contenu en éléments minéraux en (mg/kg) dans le Romarin se présente comme suit : Al (486), B (37.78), Ba (95.5), Ca (10899), Cr (8.93), Cu (6.66), Fe (547), K (9356), Li (0.69), Mg (3868), Mn (41.2), Ni (9.45), P (418), Sr (39.6), V (3.88) et le Zn (15.6). Alors qu'une autre étude révélait un contenu en Ca (7791.80), Fe (330.16), K (14916.23), Mg (1634.55), Na (2711.87), P (1074.60) et Zn (22.65) (**Arslan et Musa Ozcan, 2008).**

Nous avons effectué notre stage au sein de la Conserverie Amor Ben amor (CAB) d'EL-Fedjouj pendant la période s'étalant entre le 17 Février 2019 et le 17 Mars 2019. Dans ce chapitre nous allons faire une présentation exhaustive de tous les aspects techniques que nous avons pu apprendre ou approfondir durant notre stage. La présentation de la conserverie Ben Amor est donnée dans l'Annexe A2 alors que les différentes étapes de transformation de la tomate en conserve, son traitement et son emballage jusqu'à devenir prête à être administrée par le citoyen sont détaillées dans ce chapitre. Signalons que chaque étape vécue expérimentalement a été soutenue et renforcée par les références bibliographiques adéquates obtenues suite à une recherche théorique confirmant l'intérêt de cette étape.

Dans cette partie, nous allons évoquer aussi des généralités sur les différentes étapes mises en place pour l'extraction de polyphénols à partir de plantes naturelles, ces polyphénols jouant le rôle d'antioxydant naturel.

3.1. Description des produits finis de CAB

La conserverie Amor Ben amor (CAB) fabrique le concentré de tomate à base de la tomate fraiche. Les produits, soigneusement développés, se présentent sous les formes suivantes (Figure 3.1).

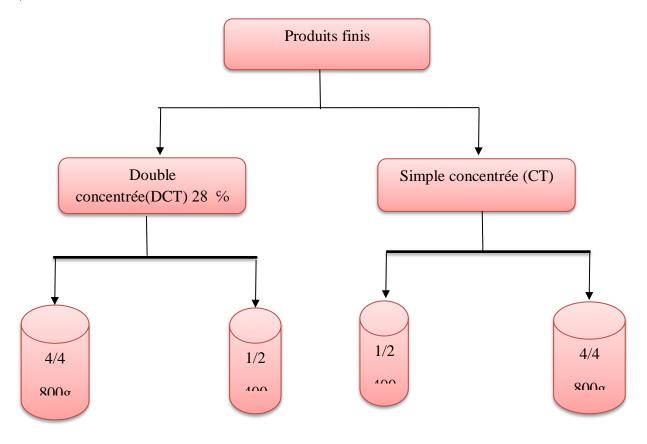


Figure 3.1: Produits de la conserverie.

3.2. Technologie de fabrication du concentré de tomate

Les tomates parvenues à maturité sont cueillies à la main, placées dans des caisses ou des billots.

3.2.1. Réception et décharge

La tomate fraiche peut être reçue en caisse, en bains ou en vrac sur camions. Un pont bascule situé à l'entrée permet la pesée avant le déchargement (Figure 3.2). Dans le cas des camions le déchargement se fait à l'aide de l'eau (transport hydraulique). Dans le cas des caisses le déchargement de fait manuellement en plus il y a un système d'élimination des grands corps étrangers.

Un triage préalable doit s'effectuer, les lots contenant les fruits présentant une teinte jaune et des zones vertes sont mis de côté jusqu'à ce qu'ils aient atteint une couleur rouge plus uniforme. Les fruits rouges entrent immédiatement en fabrication.



Figure 3.2: Pont bascule.

3.2.2. Stockage des matières premières

Il s'agit de stocker la tomate fraîche pendant un temps avant son entrée dans la chaîne de transformation. Ce temps doit être bien approprié car il permet le mûrissement de la tomate. Il suffit de laisser la tomate dans un local bien aéré (**Sadok D., et al 2016**).

3.2.3. Lavage et triage

Cette opération commune à tous les végétaux, consiste à éliminer toutes les souillures qui peuvent être à l'origine d'une éventuelle contamination. Les tomates sont lavées avec de l'eau tiède et chlorée à 5 ou 10 ppm dans des tanks ou dans des bacs sous pression ou sous agitation permanente, suivie d'un rinçage par aspersion d'eau à haute pression pour éliminer les résidus, les microorganismes, les insectes, les larves et les saletés adhérent aux fruits (**Goose et al.,1973**).

Le groupe est équipé d'un système racleur pour vidanger automatiquement les pierres, la boue et les corps étrangers. Le traitement du produit se réalise en deux phases (Figure 3.3):

- le plant de rouleaux est incliné et le produit est séparé de l'eau et des corps étrangers.
- dans la deuxième phase, le triage manuel du produit est réalisé sur un plan de rouleaux horizontal par des personnes qualifiées où s'effectue un dernier contrôle manuel (Kangni, 1991).



Figure 3.3: Lavage et triage de la tomate.

3.2.4. Broyage et extraction de jus

Les fruits de tomates lavés sont comprimés entre 2 rouleaux de manière à faire couler le liquide des loges du fruit. Le mélange obtenu passe ensuite à travers un tamis rotatif pour séparer le liquide des parties solides de la tomate. Les tomates débarrassées de leurs peaux et de leurs graines sont alors envoyées au broyeur (Figure 3.4) qui assure leur broyage (Goose et al., 1973).



Figure 3.4: Broyeur de tomate.

3.2.5. Préchauffage

A pour fonction d'élever la température de la tomate afin de faciliter l'extraction du jus, et sert d'inactivation enzymatique. Il se fait dans un dispositif vertical appelé « cold break » il

contient des faisceaux tubulaires dans lesquels circule la tomate émiettée. On assiste alors à un échange de chaleur entre la tomate qui se chauffe et la vapeur qui se condense.

Le condensât formé est recueilli et recyclé dans les chaudières, tandis que la tomate passe à la passoire, ce traitement thermique a pour but de diminuer la viscosité de la tomate, facilitant ainsi la filtration et de permettre une inactivation qui préserve la pectine du produit (dont le rôle est de garder la consistance de la tomate) (Figure 3.5). (Kangni, 1991).



Figure 3.5 : Préchauffage.

3.2.6. Filtration

Après le traitement thermique et l'inactivation enzymatique, le produit chaud est raffiné dans les passoires qui séparent la partie solide (peaux et pépins) de la partie liquide (jus ou purée). Le jus est collecté dans une cuve placée au-dessous, tandis que les peaux et les pépins grâce au mouvement hélicoïdal de la série de palettes fixées sur le rotor, sont convoyés vers la partie opposée à l'entrée de produit, pour être évacués (**Kangni, 1991**).

3.2.7. Concentration

Elle se fait grâce à une installation comportant trois principales parties de tailles différentes mais de même structure et de même principe de fonctionnement (évapore au moins 100 tonnes de jus de tomate par jours). Grâce à un groupe de distribution situé au sommet, on alimente la troisième partie avec le jus (brix = 2-6) de façon homogène à travers les tubes de l'échange de chaleur. On assiste à l'échange thermique entre le jus et la vapeur, et une concentration progressive due à l'évaporation de l'eau du produit. Lorsqu'on atteint un brix de 10-12%, le produit passe dans la deuxième partie puis la première, et y subit le même traitement thermique. Des réfractomètres placés sur chaque partie permettent de voir l'évolution du produit, lorsque ce dernier atteint la valeur désirée on ferme la communication de la vapeur avec le reste de l'appareil, et le concentré est déversé et envoyé vers la station de pasteurisation.

Pendant la compagne, lorsque la matière première (tomate fraîche) est en quantité assez importante, l'usine fait de réserves de produit semi fini, qui sera recyclé hors campagne et commercialisé. Pour cela, le produit est condensé à un Brix de 36-38% (triple concentré).

Puis passe dans un stérilisateur serpentin, et subit un traitement thermique de 110°C. Après le refroidissement à 40°C, rempli dans des sacs aseptique de 220 Kg de capacité, conditionnée dans des futs métalliques de stockage dans les hangars. Après la campagne, le produit semi fini est dilué jusqu'à un Brix de 12,5 environ.

La purée formée est envoyée dans un Pasteurisateur et Desaérateur à Serpentin Rotatif (PDSR), dans lequel on introduit du sel comme conservateur. Le PDSR agit comme un agitateur thermique qui grâce à la vapeur permet une évaporation sous vide donnant du concentré (Figure 3.6) (Krimi S et al., 2014).



Figure 3.6: Concentration

3.2.8. Pasteurisation

Le but est de neutraliser entre 90 à 92°C pendant 15 à 30 secondes les micro- organismes ayant résisté à la chaleur de la concentration. Des pompes assurent le passage du concentré de l'évaporation vers des tubes de stockage avant d'alimenter les rotothermes. Le produit passe d'un système à l'autre, puis il est envoyé pour le remplissage des boites (Figure 3.7).



Figure 3.7: Pasteurisation.

3.2.9. Remplissage

Les boites ont été retournées à plusieurs reprises et nettoyées par la vapeur à 90°C avant d'être remplies pour détruire les germes pouvant s'y trouver. Elles arrivent ensuite à la station de remplissage; de même que le concentré. La remplisseuse est un dispositif à 40 têtes environ, tournant à une vitesse réglée selon les besoins et dont le maximum est de 300 boites par minute. Un tour complet correspond au remplissage de la boite qui se fait à 82°C, les boites passent ensuite au sertissage (Figure 3.8).



Figure 3.8 : Remplissage de la tomate.

3.2.10. Sertissage

Consiste à la fermeture des boites hermétiquement à la face inférieure après le remplissage de concentré de tomate à 90°C. A la sortie de la sertisseuse, un dateur inscrit sur cette même face la date de fabrication, d'expiration, l'heure de sortie du produit et le numéro du lot auquel appartient la boite (Figure 3.9).



Figure 3.9: Sertisseuse.

3.2.11. Stérilisation et refroidissement

Les boites sont stérilisées à l'aide d'un grand stérilisateur rotatif qui donne au continu à la boite un traitement thermique. Ensuite, les boites sont rapidement refroidies afin d'éviter que les tomates ne continuent à cuire. La stérilisation dure huit minutes sur une longueur de six mètres. L'eau chaude utilisée est recueillie et recyclée. Dans la seconde partie du tunnel, de l'eau froide est injectée sur les boites pour le refroidissement à 40°C (choc thermique). Il se fait en 40 minutes sur une longueur de 20 mètres (Figure 3.10).



Figure 3.10 : Tunnel de stérilisation et de refroidissement.

3.2.12. Séchage et conditionnement

A la sortie du tunnel, un sécheur injecte de l'air chaud sur les boites. Ces dernières biens séchées sont empaquetées de façon automatique dans des cartons de 12 pour les boites de 800g et de 24 pour celles de 400g. Ces cartons sont scotchés et stockés dans les hangars avant d'être livrés à la commercialisation au moins 21 jours après la date de fabrication; ce qui permet de terminer les analyses du produit au laboratoire (Figure 3.11) (**Krimi S et al., 2014**).



Figure 3.11: Mise en carton.

3.2.13. Stockage

Les produits finis étiquetées seront stockés dans un endroit frais et à l'abri de la lumière dans un dépôt séparé de celui des matières premières fraiches. Le produit fini doit être mis en observation pendant 15 jours avant de sortir de l'usine, afin de s'assurer de sa capacité de conservation. Nous récapitulons dans la figure (3.12) les différentes étapes de fabrication et de conservation de concentré de tomate.

3.2.14. Les vérifications finales

Des contrôles importants sont enfin effectués pour garantir la qualité totale des produits avant leur mise à disposition des consommateurs. Par exemple, les boites sont mises en étuve, à des températures et pendant un temps déterminé par la législation, pour accélérer le vieillissement du produit et contrôler sa stabilité bactériologique à long terme. (Kangni, 1991).

3.2.15. Emballage

L'emballage et le conditionnement sont les dernières opérations de la fabrication des produits alimentaires, ils sont indissociables du produit, et doivent contribuer à préserver les qualités hygiéniques, sensorielles et nutritionnelles de l'aliment, répondre aux contraintes de la logistique et de la distribution et satisfaire les attentes des consommateurs en matière d'usage, (Sadok D et al., 2016).

Pour la mise en boites métalliques, l'acidité de la purée de tomate risque de provoquer la corrosion ; pour éviter cela, on les protège souvent par un vernis intérieur.

Les vernis utilisés doivent présenter les critères suivants :

- Ne pas apporter au produit conserve, ni goût ou ni odeur anormale ;
- Ne doivent contenir aucune substance toxique.

Encartonnage et Palettisation, c'est l'opération finale ayant pour but d'emballer les boites dans des cartons et la palettisation, c'est le moyen de stoker le produit par palettes afin d'éviter les chocs possibles sur les boites; et d'éviter aussi le contact des cartons avec le sol (**Anonyme**, **1998**).



Figure 3.13: Encartonnage et Palettisation

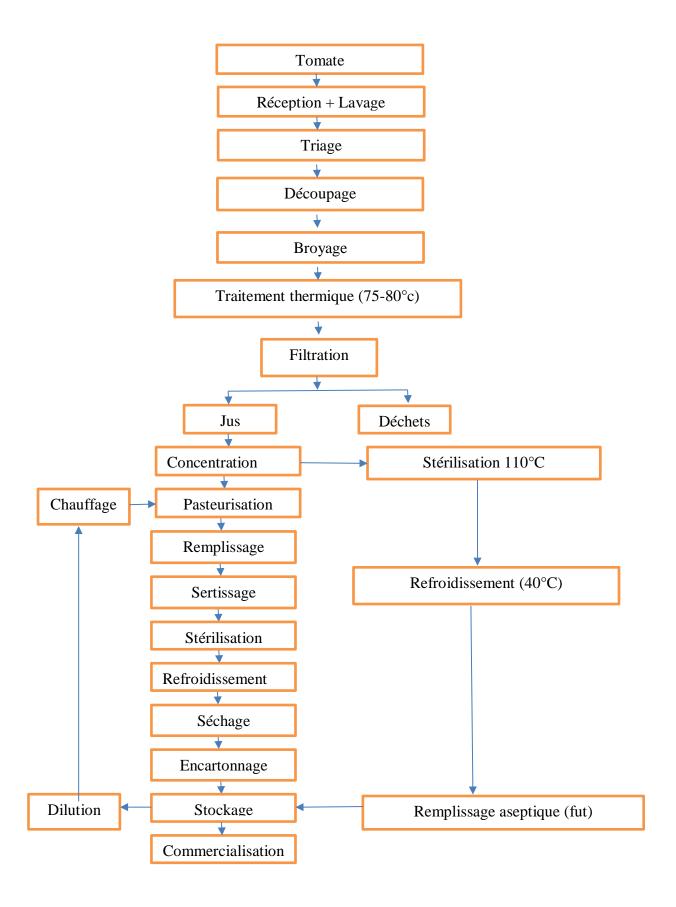


Figure 3.12 : diagramme de fabrication conserve de tomate.

3.2.16. Toxicité

En cas de manque d'hygiène lors de la préparation, le contenu d'une boite de conserve peut être source de maladies comme le botulisme ou le saturnisme (qui découlait de l'emploi de plomb dans les soudures de la boite métallique et d'attaque du métal par l'acidité). Il est essentiel aussi qu'il n'existe aucune trace de substances indésirables, comme des métaux lourds, qui pourraient migrer vers le produit (Lansing Prescott et al, 2003).

3.3. Les altérations des conserves

3.3.1. Les altérations d'origines microbiennes

Cette altération est due à une matière première de mauvaise qualité microbiologique. Selon les études de **Léonie Belluci** (1980), les espèces microbiennes contaminant naturels de la tomate dans les produits acides à pH <4.5 sont les levures, moisissures, lactobacilles et les entérobactéries et sont peu résistantes à la chaleur. Un traitement à une température d'environ 61-65°C est suffisant pour éliminer 90% de toutes éventuelles contaminations microbiennes (**Larousse et al., 1991**).

3.3.2. Altération biochimique

Les traitements à haute température favorisent la destruction des micro-organismes, mais aussi entraîne des pertes excessives d'éléments nutritifs. Surtout s'il s'agisse d'une matière première de mauvaise qualité où on vise à détruire les bactéries sporulées pathogènes en adoptant ainsi un traitement excessif (Raux, 1990).

3.4. Extraction des polyphénols

La famille des polyphénols devient le point de départ de toutes les recherches scientifiques en particulier la découverte des molécules naturelles à très forte activité antioxydante.

Notons que, les oxydants quelques soit leurs origines constituent un très grave problème non seulement au niveau de la santé publique mais aussi au niveau de l'industrie agro-alimentaire.

Généralement avant de subir une extraction, les plantes doivent être broyées plus ou moins finement afin d'augmenter la surface spécifique et par suite leur réactivité. Donc pour faciliter la mise en solvant de notre matière première et s'assurer d'un bon rendement cette dernière devrait être broyée.

L'extraction des composés bioactifs peut être décrite comme étant un phénomène de transfert de masse où, les solides solubles contenus dans des structures végétales, migrent dans le solvant jusqu'à l'équilibre. Il existe plusieurs méthodes d'extraction des composés phénoliques à partir de

plantes naturelles comme l'extraction conventionnelle par solvant, l'extraction par eau chaude, l'extraction par fluide supercritique, etc.

3.4.1. L'extraction conventionnelle par solvant

L'extraction conventionnelle par solvant est la méthode la plus utilisée pour l'extraction des composés phénoliques. De nombreux paramètres d'extraction doivent être pris en compte pour l'optimisation de cette méthode: le type et la concentration du solvant organique, la température, le temps d'extraction et le rapport solvant/solide (ratio).

a. La nature du solvant

Plusieurs auteurs ont étudié l'effet de la nature du solvant sur le contenu phénolique, le choix du solvant est une étape clé de l'extraction. Les substances phénoliques des plantes sont généralement extraites en utilisant des solvants organiques tels que le méthanol, l'éthanol, l'acétone et l'acétate d'éthyle, l'éther diéthylique, le n-butanol, l'isopropanol ou l'éther etc.

(https://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9thanol).

b. La concentration du solvant

L'eau est généralement ajoutée au solvant d'extraction tel que l'éthanol ou le méthanol afin d'améliorer l'extraction des composés phénoliques polaires. Une étude sur les valeurs théoriques de l'hydrophobicité des composés phénoliques, ainsi que ceux de certains solvants organiques a montré que le méthanol et l'éthanol mélangés avec de l'eau, sont les solvants les plus appropriés pour l'extraction des composés phénoliques (http://docnum.univ-orraine.fr/public/DDOC_T_2015_0183

M HIRI.pdf).

c. La température et le temps

La température est un accélérateur d'extraction, elle augmente la solubilité des composés phénoliques dans le solvant. Toutefois, en raison de la sensibilité des composés phénoliques à la chaleur, une température trop élevée peut conduire à leur décomposition et leur dégradation. Egalement, le temps d'extraction joue un rôle capital sur le rendement de l'extrait. (http://www.jnsciences.org).

d. Le rapport solvant/solide (ratio)

Il définit le rapport de la masse de la plante en poudre qui sera mélangée à la quantité (volume) du solvant utilisé pour la mise en œuvre du procédé d'extraction. Ce rapport est un facteur influent sur l'atteinte de l'équilibre de transfert des solubles.

3.4.2. La filtration

La filtration est une technique de séparation qui permet de séparer un constituant solide mélangé à un constituant liquide. Cette opération est beaucoup plus rapide que la sédimentation: elle est donc plus utilisée.

3.4.3. La distillation sous vide

Un évaporateur rotatif est un appareil de laboratoire utilisé généralement en chimie organique pour évaporer rapidement des solvants après avoir été utilisés dans une extraction ou dans un milieu réactionnel. Le plus souvent, l'évaporation du solvant est menée sous pression réduite (afin d'accélérer l'étape) que l'on obtient au moyen d'une trompe à eau ou d'une pompe à vide. L'évaporateur rotatif est souvent appelé, par abus de langage, Rotavapor ou "Büchi" (noms de deux marques très courantes) (Figure 3.14).

Il est composé de plusieurs parties :

- ✓ un réfrigérant en spirale, équipé d'une prise de vide et d'un robinet pour casser le vide,
- ✓ un ballon de recette pour le distillat, situé dans la partie basse du réfrigérant,
- un moteur, qui assure la rotation du ballon évaporateur (en forme de poire), par l'intermédiaire d'un tube rotatif d'admission des vapeurs. Le ballon évaporateur contient la solution dont on doit chasser le/les solvant(s),
- ✓ un bain marie, chargé de chauffer le ballon évaporateur (car l'évaporation est un processusendothermique). (https://wiki.scienceamusante.net/index.php?title=%C3%89vaporateur)

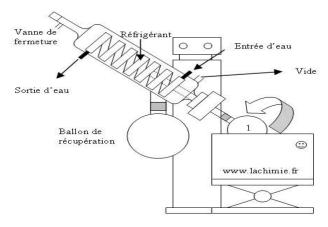


Figure 3.14: Schéma d'un évaporateur rotatif.

3.4.4. La lyophilisation

C'est un procédé de déshydratation qui consiste à l'élimination de l'eau par sublimation, le principal avantage de cette technique est la qualité supérieure du produit final. Donc le produit préalablement congelé à basse température et placé dans une enceinte sous vide (-53°C),

l'abaissement de la pression du point d'équilibre sur la courbe de tension de vapeur de l'eau entraine une sublimation de la glace. c.à.d. l'eau à l'état glace s'élimine sous forme de vapeur sans passer à l'état liquide.

Les étapes de lyophilisation:

- *Congélation* : le produit est congelé cela fournit une condition nécessaire pour un séchage à basse températures (-53°C).
- Sublimation (dessiccation primaire): le produit est placé sous vide et vaporisé sans passer à l'état liquide.
- *Dessiccation secondaire*: qui consiste à soumettre le produit à la température la plus élevée possible et la pression la plus basse pour arracher les molécules d'eau adsorbées. (Farzaneh Shishehgarha, 1999).

3.5. La réfractométrie

La réfractométrie est une technique qui vise à déterminer la partie réelle de l'indice de réfraction d'un matériau. L'instrument de laboratoire ou de terrain utilisé est le réfractomètre. La plupart des modèles courants effectuent une mesure de l'angle limite de réfraction et déduisent ensuite l'indice de réfraction de l'échantillon. L'indice est calculé à partir de la loi de Snell-Descartes et peut aussi être estimé à partir de la composition de la matière à l'aide de la loi de Gladstone .https://fr.wikipedia.org/wiki/R%C3%A9fractom%C3%A9trie.

3.6. Dosage des polyphénols totaux par réaction à base du Folin Ciocalteu

Les polyphénols totaux sont en général déterminés par utilisation de la méthode de Follin-Ciocalteu, l'acide gallique est globalement utilisé comme standard (**Singleton-Rossi, 1965**).

Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu tungungstène et de molybdène (**Ribéreau-Gayon**, **1968**). La coloration produite, dont l'absorption maximum à 725 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits obtenus (**Boizot et Charpentier**, **2006**).

3.7. Activité antioxydante

3.7.1. Stress antioxydant

Le stress oxydant est défini comme un déséquilibre entre les processus biochimiques de production des espèces réactives de l'oxygène (ERO) et ceux qui sont responsables de leur contrôle et élimination (Sayre et al., 2008 ; Bloomer et al., 2008 ; Browne et al., 2008 ; Power et al.,

2010). Ce déséquilibre peut se produire quand le système de défense antioxydant est surmené par l'augmentation des oxydants ou lorsque les défenses sont affaiblies par une carence d'apport et/ou de production d'antioxydants (**Kirschvink et al., 2008**).

Les radicaux libres et les espèces fortement réactives de l'oxygène sont présents dans des systèmes biologiques d'une large variété de sources. Ces radicaux libres peuvent oxyder les acides nucléiques, les protéines, les lipides ou l'ADN et peuvent lancer la maladie dégénérative. Les antioxydants sont des composés qui peuvent retarder, entraver ou empêcher l'oxydation des composés sensibles par différents mécanismes comme les radicaux libres, les enzymes prooxydantes ou chélation des ions métalliques actifs en fonction de la nature des agents oxydants (Nordberg et Arner, 2001). D'origines diverses, ils peuvent être produits dans l'organisme, ou être apportés par l'alimentation ou bien issus d'une synthèse chimique (Tamimi et al., 2002).

Les Plantes sont des sources d'antioxydants naturels comme la vitamine C, la vitamine E, les caroténoïdes et les acides phénoliques. Les antioxydants des plantes sont hydrosolubles (Hayouni et al., 2007).

3.7.2. Actions des antioxydants

Les défenses antioxydants sont extrêmement importantes et représentent l'élimination directe des radicaux libres, fournissant ainsi une protection maximale aux sites biologiques. Un bon antioxydant doit :

- Étre capable de piéger directement et spécifiquement les radicaux libres
- ✓ Chélater des ions de métaux de transition d'importance biologique capables de promouvoir la production des radicaux libres par la réaction de Fenton
- ✓ Interagir avec d'autres antioxydants et dans la mesure du possible les régénérer
- ✓ Capable de stimuler la synthèse des enzymes antioxydants et inhiber l'activité des enzymes pro-oxydants
- ✓ Avoir un effet positif sur l'expression génique
- ✓ Être rapidement absorbé
- ✓ Avoir une concentration qualifiée de « physiologique » dans les tissus et les fluides biologiques ;
- ✓ Être efficace en milieu aqueux et/ou dans le milieu membranaire (Valko et al.,
 2006).

3.7.3. Différents types des radicaux libres

Un radical libre est une espèce caractérisée par une instabilité et /ou un pouvoir oxydant fort, il se différencie par la présence d'un électron non apparié sur la couche électronique la plus externe.

Parmi toutes les espèces réactives oxygénées (ERO), on distingue un ensemble restreint de ces composés qui jouent un rôle particulier en physiologie et que nous appelons les radicaux primaires à savoir : l'anion super oxyde (O2°-), le radical hydroxyle (°OH), le monoxyde d'azote (NO°), le radical peroxyle (ROO°) et le radical alkoxyle (RO°).

3.7.4. Méthodes de tests des antioxydants

De nombreuses méthodes ont été développées pour évaluer l'activité antioxydante des extraits naturels. Ces méthodes diffèrent entre elles en termes de mécanismes de réaction, substrat et antioxydant, états des réactions et la forme dont sont exprimés les résultats (kholkhal, 2014; Chikhi, 2014). De nombreux facteurs entrent en jeux, en effet, la méthode choisie est fortement liée aux paramètres réactionnels: le solvant, le temps de réaction et le pH, etc. (Magalhaes et Coll., 2008).

Compte tenu de la complexité des processus d'oxydation, il n'existe pas de méthode unique qui permettrait de refléter le profil antioxydant d'un échantillon. Les plus répandues sont: Piégeage du radical superoxyde (O₂·-), Piégeage du peroxyde d'hydrogène (H₂O₂, scavenging activity), de l'acide hypochloreux (HOCl), de l'hydroxyle (OH), le test par DPPH, le test ORAC (Oxygen Radical Absorbance Capacity), le test mesurant l'activité antioxydante au moyen de caroténoïdes, piégeage du ABTS (2,2'-azynobis- [3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), la réduction de fer: FRAP (Ferric Reducing Ability of Plasma),ect. Afin de choisir la bonne méthode, il faut savoir ce que l'on va mesurer et évaluer.

3.7.4.1. Test de réduction du radical 1,1-diphényl 1-2-picrylhydrazyle (DPPH)

Le composé chimique 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyle (DPPH) fut l'un des premiers radicaux libres utilisés pour étudier la relation structure activité antioxydant des composés phénoliques (Blois, 1958; Brand-Williams et al., 1995).

La réduction du radical DPPH (Figure 3.15) par un antioxydant peut être suivie par spectrophotométrie UV visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517nm provoquée par la présence des extraits phénoliques. Le DPPH est initialement violet, se décolore lorsque

l'électron célibataire s'apparie. Cette décoloration est représentative de la capacité des composés phénoliques à piéger ces radicaux libres indépendamment de toutes activités enzymatiques.

Ce test permet alors d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances phénoliques des extraits (Molyneuxs, 2004).

$$\begin{array}{c|c} & & & \\ &$$

Figure 3.15 : Structure du radical stable DPPH° (Molyneuxs, 2004).

Ce test, largement utilisé, est rapide et facile à réaliser; il permet de comparer un grand nombre de composés. De plus, contrairement aux autres tests, les conditions utilisées (solvants organiques et faible température) évitent l'auto-oxydation des molécules testées. Les résultats peuvent être exprimés en pourcentage de réduction de DPPH, pour une concentration en antioxydant donnée et en un temps donné.

L'EC50 (concentration en antioxydant nécessaire pour réduire de 50 % la concentration initiale en DPPH) calculée pour chaque antioxydant permet de les classer entre eux. Plus l'EC50 est petite, plus la molécule est antioxydante (**Portes, 2008**).

4.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé est représenté par la flore Algérienne *Rosmarinus Officinalis* L. et les sarments de la vigne, les deux plantes ont été récoltées en octobre 2018, dans la willaya de Guelma.

Le séchage des plantes a été effectué naturellement à l'abri de la lumière, du soleil et de l'humidité pendant quatre mois. Après le séchage, les plantes ont été finement broyées puis stockées dans des boites opaques jusqu'à leur utilisation au niveau de l'université de Guelma 08 mai 1945 (Figure 4.1).



Figure 4.1: La poudre de romarin et de la vigne.

4.2. Broyage des deux plantes

Pour cela, nous avons utilisé le broyeur POLYMIX PX-MFC 90D du centre LCA (Figure 4.2) dans lequel on a fait passer notre produit découpé auparavant en petits morceaux, la vitesse a été réglée à 3000 tr/min pour obtenir une poudre pas trop fine afin de faciliter le procédé de filtration par la suite.



Figure 4.2: Le Broyeur POLYMIX.

La poudre ainsi obtenue est conservée dans une boite pour éventuelles extractions.

4.3. Procédé d'extraction de polyphénols à partir de poudres obtenues

4.3.1. Type de solvant

Pour le solvant d'extraction, notre choix s'est porté sur l'éthanol pour sa disponibilité, sa non toxicité et du fait qu'il soit toléré par notre organisme, vu que certains le consomment comme boisson (alcool). Certains auteurs affirment qu'il donne en outre un bon rendement. (Sadou S.I.2018) ;(Kribes O.,Larafa M .2018).

Vu l'importance de l'eau dans l'extraction des produits polaires, un rapport eau/éthanol: 50%-50% a été pris pour chaque extraction. Afin d'aboutir à un rendement meilleur un travail antérieur basé sur les facteurs: température, durée d'extraction et le paramètre ratio qui est le rapport solvant-solide a été effectué et a abouti aux meilleures paramètres d'extraction de ces deux plantes, qui sont les suivants: une température de 54°C, une durée d'extraction de 11 minutes et un ratio de 40 ml/g. (Sadou S.I.,2018) ;(Kribes O. et Larafa M .2018).

Dans cette étude, nous avons réalisé deux extraits en respectant les paramètres cités précédemment (Tableau 4.1), le premier extrait concernent le romarin alors que le deuxième extrait concernent les sarments de la vigne.

Tableau 4.1: Paramètres d'extraction des 04 extraits réalisés.

Numéro de l'extrait	Quantité de poudre	Ratio en	Température en (°C)	Temps en (min)
	en (g)	(ml/g)		
01	4	40	54	11
02	4	40	54	11

* Protocol

Nous avons procédé comme suit :

- à l'aide d'une éprouvette graduée, prélever le volume d'eau distillée et d'éthanol qu'on introduit dans un ballon,
- peser la quantité de chaque matière (poudre) grâce à la balance de précision, sachant que le bain marie est en huile de silicone,
- ajuster le chauffage de la plaque pour atteindre la température voulue au sein du bain,
- raccorder grâce à un support un système de refroidissement,
- régler l'agitation à 1000tr/min et lancer le chronomètre,
- vérifier la température de temps à autre durant tout le procédé,
- une fois le temps écoulé, arrêter l'agitation et récupérer le mélange qui va passer à la filtration.

4.3.2. La filtration

Le mélange récupéré est filtré à travers un entonnoir à plaque filtrante en utilisant une fiole à vide. Le filtrat (liquide) obtenu va ensuite passer à une distillation dans un évaporateur rotatif (Figure 4.3).

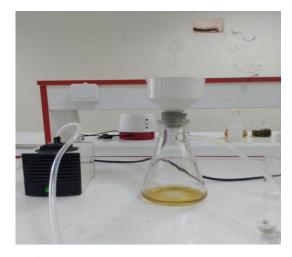


Figure 4.3 : Le montage de filtration.

4.3.3. La distillation sous vide

Notre extrait est mis dans un ballon à rotavap (Figure 4.4), le ballon introduit dans un bain ne dépassant pas une température de 40°C et en créant un vide près de 20 mbar. Ainsi la phase organique est évaporée, condensée au niveau du système de refroidissement et récupérée dans le ballon de récupération. A la fin notre extrait est dépourvu d'éthanol.



Figure 4.4 : Le montage de la distillation sous vide avec le rotavap.

4.3.4. La lyophilisation

C'est une technique qui consiste à extraire l'eau contenue dans les substances organiques ou minérales par interaction des techniques du vide et du froid. Le produit préalablement congelé à basse température a été placé dans une enceinte sous vide (-20°C) et l'eau à l'état glace s'est éliminée sous forme de vapeur sans passer à l'état liquide.

La durée de lyophilisation a varié de 48h à 72h. La lyophilisation a été réalisée au laboratoire de chimie appliquée avec le lyophilisateur alpha 2.5L MANIFOLD (Marque Christ) (Figure 4.5).

Le produit est enfin récupéré sous forme de poudre généralement non homogène (Figure 4.6). Cette poudre a alors été écrasée est pesée grâce à la balance de précision (Figure 4.7) et conservée au réfrigérateur pour éventuelles analyses.

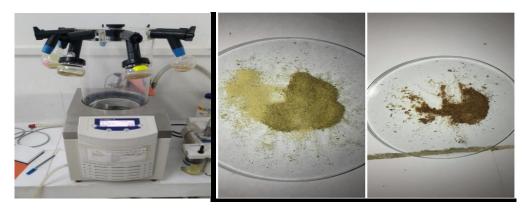


Figure 4.5 : Lyophilisateur. **Figure 4.6.** Produits obtenus après lyophilisation.



Figure 4.7: La pesée du produit sur la balance.

4.4. Dosage des composés phénoliques totaux: Le test TPC

Les composés phénoliques réagissent avec le réactif de Folin-ciocatleu. Cette réaction développe une coloration bleue qui est proportionnelle au taux des composés phénoliques qui peut être dosée par spectrophotométrie UV-VIS de type Shimatzu1800 (Annexe A3).

Pour s'assurer que les résultats soient fiables, la lecture de l'absorbance de chaque composé phénolique a été réalisée en triplicata, la moyenne des trois densités optiques mesurées a été déterminée. Ce dosage a été effectué au centre de recherche, laboratoire de chimie appliquée (LCA) de Guelma.

4.4.1. Principe

Comme il a été évoqué précédemment, le réactif de Folin-Ciocalteu est un acide de couleur jaune constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀). Cet essai est basé principalement sur la réduction du réactif acide phosphotungstique phosphomolybdique (réaction de Folin) dans une solution alcaline (**Vuorela., 2005**). La coloration produite, dont l'absorption maximum est à 725 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux.

Brièvement, les extraits ont été ajoutées au réactif de Folin-Ciocalteu dilué, les solutions ont été mélangées et incubées pendant quelques minutes. Après incubation, une solution de Bicarbonate de Sodium Na₂CO₃ a été ajoutée. Le mélange final a été secoué et puis incubé pendant 2 heures dans l'obscurité à température ambiante. L'absorbance de tous les extraits a été mesurée par un spectrophotomètre UV-Vis.

4.4.2. Mode opératoire

Le contenu des composés phénoliques de nos extraits est estimé par la méthode de Folin - Ciocalteu (**Adesegun et al., 2007**). Pour chaque extrait on a procédé de la sorte :

- 250µl d'extrait de l'échantillon,
- 500µl d'une solution de bicarbonate de sodium (0.01M),
- Ajouter 4ml d'eau distillée,
- 250µl du réactif de Folin Ciocalteu (dilué 50% avec de l'eau distillée)
- Incuber pendant 25 min à une température ambiante
- Lire l'absorbance à 725 nm,
- Le total des composés phénoliques est déterminé selon l'équation :

$$T=C.V/M (4.1)$$

T : Représente le total des composés phénoliques (g Equivalent Acide Gallique/100 g de matière sèche de la plante).

C : Concentration d'extrait éthanolique équivalente à l'acide gallique, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (mg/ml).

V : le volume d'extrait éthanolique (ml).

M : poids de la matière sèche de la plante (g).

4.4.3. Expression des résultats

La concentration des polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage, établie avec le standard étalon l'acide gallique et exprimée en milligrammes d'équivalents d'acide gallique par gramme d'extrait sec de la plante ou 100 g de la matière sèche de la plante.



Figure 4.8 : La mise en solution des extraits.



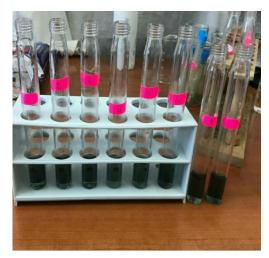


Figure 4.9: La mise du Folin.

Figure 4.10 : Après la mise du Folin.

4.5. Activité antioxydante des extraits hydro alcooliques

La capacité du composé phénolique à piéger les radicaux libres, en leur transférant son atome d'hydrogène est le facteur clé de l'activité antioxydante de ce type de molécules. Selon les connaissances actuelles, le mécanisme de transfert d'atome d'hydrogène (TAH) est le mécanisme qui intervient principalement dans les réactions des radicaux avec les polyphénols. Le mécanisme TAH correspond à la dissociation homolytique d'une liaison O-H.

4.5.1. Test DPPH

Le radical libre DPPH a permis l'estimation de l'activité antioxydante des composés isolés et identifiés, c'est un radical synthétique de couleur violette qui vire vers le jaune quand il est capté par les produits polyphénoliques testés. L'intensité de la couleur jaune reflète la capacité anti radicalaire de la molécule, et dépend de la nature, la concentration et la puissance de cette molécule (Madi., 2010).

4.5.2. Principe

La réduction du radical libre DPPH° (2,2'-diphenyle-1-picryl hydrazyl) par un antioxydant peut être suivie par spectrométrie UV- Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquée par les antioxydants (**Molyneux**, **2004**). En présence des piégeurs de radicaux libres, le DPPH. (2.2 Diphenyl 1 picryl hydrazyl) de couleur violette se réduit en 2.2 Diphenyl 1 picryl hydrazine de couleur jaune (**Maatouiet al., 2006**), voir la (Figure 4.11).

$$DPPH + AH$$
 $DPPH-H + A$

Figure 4.11: Réaction de test DPPH (2.2 Diphenyl 1 picryl hydrazyl) (Congo, 2012).

4.5.3. Mode opératoire

L'activité antiradicalaire de cet extrait est mesurée selon la méthode décrite par (ES – Safi et al., 2007).

- 2,5ml de l'extrait à tester
- 2,5ml d'une solution méthanolique de DPPH (0.004%)
- La lecture de l'absorbance est faite contre un blanc préparé pour chaque concentration à 517nm après 30 minutes d'incubation à l'obscurité et à température ambiante.
- Le contrôle positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard; l'acide gallique dont l'absorbance a été mesurée dans les mêmes conditions que l'échantillon et pour chaque concentration, le test a été répété 3 fois pour plus de fiabilité.
- L'activité antiradicalaire est estimée selon l'équation ci-dessous :

%d'activité antiradicalaire = [(Abs contrôle – Abs échantillon)/Abs contrôle] x 100 (4-2)

Abs: absorbance

• La valeur de l'EC50 est déterminée graphiquement par la régression linéaire.

4.6. Méthodes d'analyses effectuées au niveau de la conserverie CAB

Pour assurer la qualité et la stabilité du produit fini, des échantillons sont prélevés régulièrement le long de la chaine de production.

4.6.1. Analyse de la tomate

4.6.1.1. Le poids

La mesure du poids permet de vérifier si le remplissage a été fait convenablement. Elle s'applique sur le produit fini, à l'aide d'une balance (Figure 4.12) préalablement tarée avec une boite vide.



Figure 4.12 : Balance électrique.

4.6.1.2. La température

On mesure la température de tous les échantillons avec le thermomètre (Figure 4.13) pour le produit fini (boite après refroidissement). On mesure la température de la boite remplie (à la surface) et au centre de la boite. On nettoie la sonde de l'appareil, et on l'introduit dans le produit à analyser, sans mouiller le corps de l'instrument ni le poignet de la sonde. On attend que la valeur soit affichée et stabilisée sur l'écran, c'est cette valeur qui sera prise en considération.



Figure 4.13 : Mesure de température.

4.6.1.3. Le brix

Il se fait à l'aide du réfractomètre, et il détermine le taux de matière sèche dans l'échantillon (la concentration).

Le réfractomètre digital LR-02 (Figure 4.14) est le fruit récent de la technologie dans le domaine de l'analyse de laboratoire, et il est destiné exclusivement à la mesure en continu de l'indice de réfraction, et donc de la concentration des produits liquides.

Avant de prendre la mesure, il faut bien homogénéiser le produit, on étalonne avec de l'eau distillée, et on laisse une à deux minutes. Avec une spatule propre et sèche, on met une quantité sur le prisme, puis on effectue plusieurs mesures, et on considère la valeur moyenne. On retire la tomate, et on étalonne de nouveau avec l'eau distillée.

Pour la continuité de nos analyses du brix au niveau du laboratoire pédagogique du département de Génie des procédés, un autre type de refractomètre a été utilisé (Figure 4.15).



Figure 4.14: Réfractomètre digital



Figure 4.15: Réfractomètre.

4.6.1.4. Le pH

C'est le potentiel hydrogène de l'échantillon. Il traduit, le caractère plus ou moins acide du produit. Il est mesuré à la température de 20°C à l'aide d'un pH mètre (Figure 4.16) étalonné avec étalons, et est appliqué sur tous les échantillons prélevés.

- On essuie la sonde avec du papier, et on l'introduit dans l'échantillon.
- ➤ On appuie sur la touche ON/OFF et attend que la valeur qui s'affiche sur l'écran se stabilise avant de la relever.
- On éteint avec la même touche, et on range la sonde dans la solution de conservation après l'avoir nettoyée.



Figure 4.16: Mesure de pH.

4.6.1.5. La couleur

Préparation de l'échantillon

On dilue l'échantillon à 12,5 (le brix) avec l'eau distillé. Lorsque le brix de l'échantillon est inférieur à 12,5, on ne le dilue pas.



Figure 4.17: Colorimètre.

Prise de la couleur par colorimétrie

On fait les opérations suivantes :

- Remplir le bêcher en verre, en contrôlant qu'il n'ya pas de bulles d'air dans la solution.
- ➤ Placer le bêcher sur le porte d'échantillon.
- > Lire les valeurs affichées.

4.6.1.6. La viscosité (Bostwick)

Le consistomètre bostwick (Figure 4.18) est une tôle en métal, pliée, tout au long de laquelle une guillotine sépare la cellule port échantillon du parcours de mesure. Le parcours a d'habitude une longueur de 24 cm.



Figure 4.18: Consistomètre.

La mesure se fait à une température ambiante de 20°C. On bloque la cellule porte d'échantillon du viscosimètre, et on remplit pleinement avec la tomate de brix 12,5. On débloque brusquement. Ceci permet d'évaluer la consistance du produit qu'on est en train d'analyser.

4.6.1.7. L'acidité

Le but de cette analyse est de mesurer approximativement la teneur totale du produit en acides naturels par un dosage basique avec de l'hydroxyde de sodium à 0.1M en présence de phénolphtaléine.

Mode opératoire

- ✓ On pèse 10 g de produit dans un bêcher en verre (Figure 4.19),
- ✓ On ajoute 100 ml d'eau distillée,
- ✓ On agite bien le mélange et on le transvase dans une fiole de 200 ml,
- ✓ On ajuste à 200 ml avec de l'eau distillée,
- \checkmark On agite encore puis on filtre (Figure 4.20),
- ✓ On prélève 50 ml du filtrat, on les met dans un bêcher de 1 litre,
- ✓ On dilue avec 300 ml d'eau distillée, et on met deux à trois gouttes de phénolphtaléine,
- ✓ On titre avec la soude (NaOH) jusqu'à changement de la teinte rose persistant,
- ✓ On met en marche l'agitateur, et on ajoute goutte à goutte de la soude à l'aide d'une burette, (Figure 4.21)
- ✓ Lorsqu'il y'a un changement de couleur, on ajoute une goutte et on arrête,
- ✓ On note le volume versé de la soude v,
- ✓ Grâce à la formule ci-dessous on calcule l'acidité.

Acidité=
$$(1400*v)/(50*brix)$$
 (4-3)



Figure 4.19: La pesée de tomate.



Figure 4.20: Filtration.



Figure 4.21: Titrage avec NaOH.

4.6.1.8. Le test de stabilité

Le test de stabilité consiste à comparer les boites incubées dans une étuve avec un témoin. S'il y a des variations de la couleur, de la consistance ou du pH d'au moins de 0,5, le produit sera soumis à des analyses microbiologiques afin de déterminer la cause de ces modifications. Dans le cas échéant, le lot peut être livré à la commercialisation.

On met deux échantillons du produit fini dans une étuve durant 20 jours à une température comprise dans l'intervalle de 30°C à 32°C. Un troisième échantillon à la température ambiante de 20 à 25 °C. On fait revenir la température des deux échantillons à la température ambiante de 20 à 25°C. On mesure le pH des trois échantillons.

4.6.2. Analyse de l'eau

Les paramètres à contrôler dans l'eau sont: pH, Conductivité, Dureté, Alcalinité, Chlorures, Fer, Manganèse et le Chlore libre.

Ces différentes analyses sont effectuées dans un autre laboratoire au sein de la Conserverie de Ben Amor, un laboratoire différent du laboratoire auquel on a été affecté, uniquement les résultats d'analyses nous sont délivrés.

5.1. Introduction

A partir des tiges de *Vitis vinifera* et des feuilles de *Rosmarinus officinalis*, deux extraits ont été obtenus, Les principales analyses effectuées sur ces extraits consistaient en la détermination de la quantité de polyphénols totaux et de confirmer la bonne activité biologique ciblée par notre étude qui est l'activité antioxydante de ces deux plantes. Pour cela, nous avons déterminé une analyse quantitative des polyphénols totaux (TPC) présents dans les sarments de la vigne et les feuilles de romarin et nous avons également effectué le test d'activité antioxydante par DPPH pour les deux extraits obtenus.

5.2. Extraction des polyphénols

Les extractions des polyphénols à partir des tiges de *Vitis vinifera* et des feuilles de *Rosmarinus officinalis*, ont été réalisées en mettant 4g de matière sèche de chaque plante dans un ballon avec l'ajout de l'éthanol (50%). Les mélanges ont été mis dans un bain d'huile avec une vitesse d'agitation de 1000 tr/min.

Le procédé d'extraction a été réalisé en respectant les paramètres d'extraction mentionnés sur le tableau (5.1):

Tableau 5.1: Les paramètres d'extraction.

Température (°C)	Temps (min)	Ratio (ml/mg)
54	11	40

5.3. Calcul du rendement d'extraction

Pour les deux plantes, le rendement d'extraction a été calculé à partir de l'équation (5-1) et les résultats obtenus sont donnés dans le tableau (5.2).

Essai	Extrait	Poids de l'extrait	Rendement
		Solide (g)	(%)
1	Vitis vinifera	0,298	7,45
2		0,320	8
3	Rosmarinus	1,093	27,32
4	officinalis	1,028	25,7

Tableau 5.2: Poids des extraits obtenus après lyophilisation et leur rendement.

5.4. Dosage des polyphénols totaux

L'estimation quantitative des polyphénols totaux en équivalent d'acide gallique, des extraits hydro alcooliques des sarments de *Vitis vinifera* et des feuilles de *Rosmarinus officinalis*, a été réalisée par la méthode de Folin Ciocalteu (**Adesegun et al., 2007**). L'acide gallique a été utilisé comme standard et l'absorbance a été lue à une longueur d'onde de 725 nm.

Les polyphénols, classe des métabolites secondaires, sont majoritairement extraits par des solvants de moyenne à forte polarité. Parmi ces solvants, nous avons choisis celui qui présente une polarité moyenne à savoir l'éthanol ainsi que l'eau dont la polarité est la plus élevée. L'acide gallique a été utilisé comme standard pour tracer une courbe d'étalonnage à différentes concentrations variant de 0 à 0,1mg/ml. Les quantités des polyphénols correspondantes ont été rapportées en grammes équivalent de l'étalon utilisé par gramme de matière sèche de la plante (g Equivalent Acide Gallique /g de matière sèche de la plante) (mg EGA/ g MS).

5.4.1. Calcul des polyphénols totaux

Les gammes de concentration d'acide gallique utilisées pour le dosage des polyphénols et les absorbances respectives à 725 nm, nous ont permis d'aboutir à l'équation (5-2) avec laquelle on a pu déterminer la teneur en polyphénols totaux des extraits:

$$y = 0.005x + 0.0242 \tag{5-2}$$

Où: y est l'absorbance,

X est la concentration d'acide gallique (mg/ml).

Le facteur de régression obtenu était de 0990 (Figure 5.1).

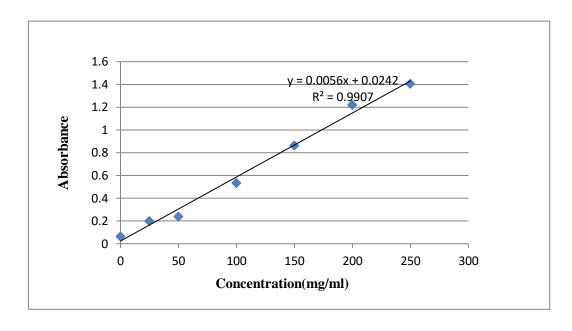


Figure 5.1 : Courbe d'étalonnage en termes d'acide gallique.

5.4.2. Les résultats expérimentaux par TPC

La quantité de polyphénols totaux obtenue pour chaque plante est donnée dans le tableau (5.4).

	Romarin	Vigne
TPC (mg EGA/g)	266,22	779,29

Tableau 5.4: Quantité de polyphènols en terme de TPC.

5.5. Evaluation de l'activité antioxydante des extraits de romarin et de sarments de vigne

Une fois les extraits obtenus, il fallait étudier leur activité biologique ciblée par notre étude qui est l'activité antioxydante afin de mettre en exergue les considérations théoriques et expérimentales publiées par d'autres auteurs.

5.5.1. Test de l'activité antiradicalaire

L'activité antioxydante des sarments de *Vitis vinifera* et des feuilles de *Rosmarinus officinalis*, vis-à-vis du radical libre DPPH a été évaluée spectrophotométriquement à 517 nm en suivant la réduction de ce radical qui s'accompagne par son passage de la couleur violette à la couleur jaune autrement dit le suivi de sa cinétique de décoloration. Pour cela nos extraits ont été préparés dans l'éthanol à 96% de telle façon à obtenir une concentration de 1mg/ml. La

solution mère de DPPH a subit une série de dilution pour obtenir une gamme de concentration allant de 10 à 350 µg/ml ou 0,01 à 0,35 mg/ml (cas des plantes médicinales).

Un volume de $50~\mu l$ de nos extraits exprimés en mg/ml est ajouté à 1,950 ml de la solution méthanoïque du DPPH (0.025 g/l) fraîchement préparée. La mesure de la décoloration à 517 nm correspondante à la réduction des radicaux du DPPH dans le milieu réactionnel et dont l'absorbance est mesurée dans les mêmes conditions que l'échantillon testé.

5.5.2. Détermination de l'EC50

La valeur de l'EC50 exprimée en micro grammes/ml a été déterminée graphiquement à partir de la courbe de régression de pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration de l'échantillon testé. Les résultats obtenus du test DPPH sont données sur les Figures (5.2) et (5.3).

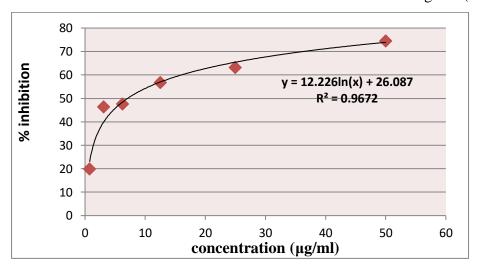


Figure 5.2 : Courbe de pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait de romarin.

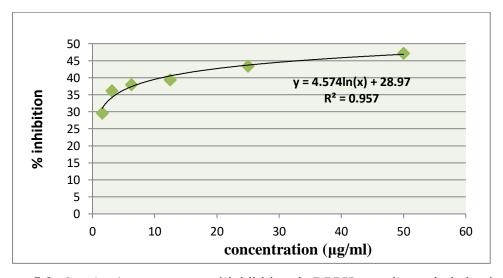


Figure 5.3: Courbe de pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait de la vigne.

La figure (5.2) représente le pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait de romarin, alors que la figure (5.3) représente le pourcentage d'inhibition de DPPH pour l'extrait des sarments de *Vitis vinifera*.

Les résultats obtenus de l'EC50 sont présentés sur le tableau (5.5). La forte activité anti radicalaire signalée pour les extraits étudiés peut être attribuée aux fortes teneurs en composés phénoliques, très connus par leur capacité de piégeage des radicaux libres rapportant que les polyphénols sont des donneurs efficaces d'atome d'hydrogène au radical DPPH en raison de leurs structures chimiques idéales.

Tableau 5.5: Evaluation de l'activité antioxydante des 02 extraits en termes de DPPH.

	Romarin	Vigne
EC50 (µg/ml)	7,02	1,52

5.6. Etude chromatographique des 2 extraits

Pour avoir une idée sur les composés majoritaires présents dans nos deux extraits obtenus à partir des deux plantes étudiées, ces extraits bruts ont été analysés par HPLC. Les analyses ont été faites par appareil de type Agilent 1260 Infinity au niveau du laboratoire de CRAPC.

5.6.1. HPL C Analytique

Pour Analyse par HPLC une HPLC-DAD de type Agilent Infinity, série 1260 avec Détecteur à barrettes de photodiodes a été utilisée (Annexe A4). La séparation chromatographique a été effectuée sur une colonne Bischoff Prontosil C18 (250 x 8 mm, 5 μm diamètre de particule) thermostatée à 25°C.

Les phases mobiles utilisées étaient l'eau extra pure acidulée avec acide acétique à 0,5% et le solvant organique était du méthanol grade HPLC. L'analyse a été effectuée avec un gradient couramment utilisé au niveau du CRAPC, étalé sur une durée de 60 minutes. Le volume d'injection étant de 20 µl pour tous les échantillons préparés à une concentration de 1 mg/ml,

Nous représentons dans la Figure (5.4) le chromatogramme HPLC de l'extrait du romarin à 360 nm et dans la figure (5.5) le chromatogramme HPLC de l'extrait des sarments de vigne à 306 nm.

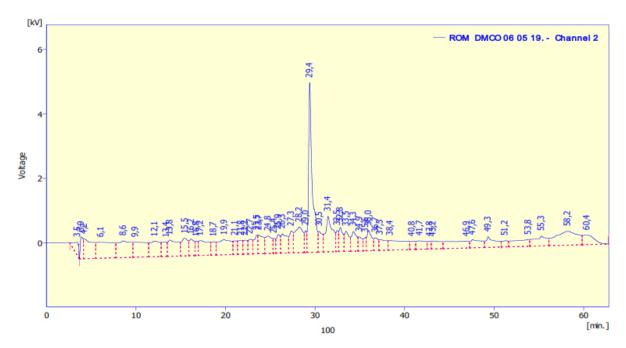


Figure 5. 4: Chromatogramme HPLC de l'extrait de Romarin à 360 nm Tr = 29,4 min pour le composé majoritaire.

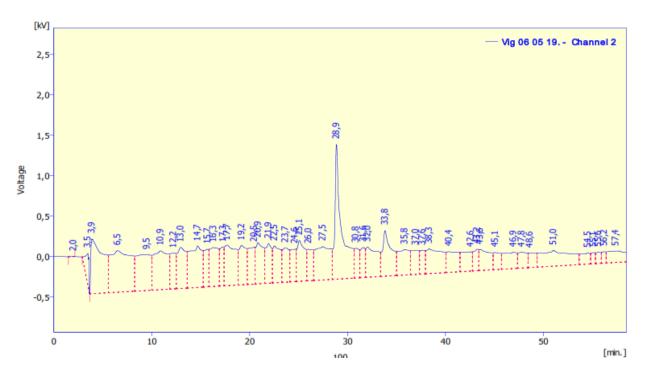


Figure 5.5 : Chromatogramme HPLC de l'extrait de sarment de vigne à 306 nm; Tr = 28.9 min pour le composé majoritaire.

Après comparaison avec la littérature, on pourra supposer que les 02 pics majoritaires sont l'acide rosmarinique pour l'extrait de romarin et le trans-resveratrol pour l'extrait de sarment de vigne. Ça reste à confirmer une fois on aura les standards des deux composés cités en vérifiant la concordance entre leurs temps de rétention et leurs maximum d'absorption à l'état pure et dans l'extrait brut.

D'après les chromatogrammes obtenus, on remarque que cette extraction sélective nous permettra de purifier ces deux composés et les utiliser comme standards ultérieurement.

5.7. Tentative de valorisation des deux extraits dans le domaine de conservation de produits agro-alimentaires.

Première étape achevée (préparation des deux extraits et confirmation de leur bonne activité biologique), il fallait penser à la valorisation de ces extraits obtenus en les utilisant comme conservateurs dans n'importe quel produit agro-alimentaire. Nous avons alors réussi à décrocher un stage au niveau de la conserverie de Amor Ben amor de Guelma (El Fedjoudj) CAB, et donc la proposition était d'utiliser les extraits de romarin et de la vigne élaborés comme conservateurs dans la tomate concentrée et de les comparer avec ceux de synthèse déjà utilisés.

5.7.1. Analyse physico chimique de conserve de tomate: CAB

Dans un premier temps on a débuté notre stage par un suivi complet du procédé de fabrication de concentré de tomate dans la CAB, en commençant par la pesée des tomates fraiches, leur triage, découpage, broyage, en passant ensuite à leur traitement thermique, la concentration, la pasteurisation et enfin le remplissage et le stockage pour commercialisation, tous les détails ont été indiqués dans le troisième chapitre.

On a effectué les différentes analyses physico-chimiques disponibles au niveau de la CAB sur les pates de conserves de tomates aux trois concentrations connues: 22%, 28% et 36%, successivement et les résultats obtenus sont présentés sur le tableau (5.6).

Tableau 5.6 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des différents concentrés de tomate.

Echantillons	Poids (g)	Brix	T (°C)	Viscosité	Acidité	L	a/b
CT	409	23.20	30.4	8.00	7.81	23.22	1.90
DCT (Zahra)	416	29.29	28.9	8.9	7.77	24.09	2.01
TCT (locale)	/	36.35	/	6.90	6.52	24.14	2.01
TCT (chine)	/	37.78	/	7.00	7.43	25.38	2.21

L étant la luminosité et a/b le taux de rouge absorbé par rapport au jaune.

On a remarqué que les valeurs du Brix, de la viscosité, de l'acidité, de la luminosité et du coefficient a/b sont bien comprises dans les normes requises pour la fabrication de concentré de tomate (Annexe A5).

5.7.2. Analyse physico chimique de conserve de tomate: CAB avec ajout des 2 extraits

Dans le but de mettre en évidence le rôle antioxydant des deux extraits de plantes élaborés dans le domaine agro-alimentaire, on devait les ajouter, au concentré de tomate double, la plus consommée en Algérie. On a alors effectué les mêmes analyses physico chimiques mentionnées précédemment mais avec l'ajout de nos extraits à différentes concentrations, et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau (5.8) pour l'extrait du romarin et dans le tableau (5.9) pour l'extrait de sarment de vigne.

l'extrait	Qtté d'extrait (mg)	Poids (g)	Brix	T (°C)	рН	Acidité	Viscosité	a/b	L
	10		29,32	16,8	4,18	7,79	8,9	1,97	23,89
	25		29,34	16,8	4,19	7,68	8,8	1,95	23,88
Romarin	75	416	29,37	17	4,15	7,59	8,9	1,92	23,8
	100		29,39	17,05	4,18	7,74	8,8	1,96	23,6
	200		29,39	17,1	4,18	7,6	8,8	1,94	23,75

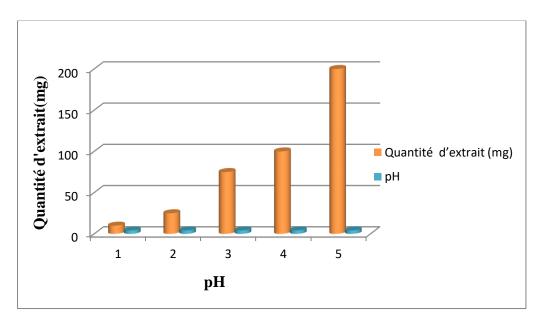
Tableau 5.8: Résultats d'analyses physico-chimiques du DCT après ajout de l'extrait de Romarin.

Tableau 5.9: Résultats d'analyses physico-chimiques du DCT après l'ajout de l'extrait de vigne.

l'extrait	Qtté d'extrait (mg)	Poids (g)	Brix	T (°C)	pН	Acidité	Viscosité	a/b	L
	10		29,31	16,8	4,17	7,79	8,9	1,98	24,00
	25		29,30	16,8	4,19	7,68	8,8	1,95	23,88
Vigne	75	416	29,40	17	4,18	7,59	8,9	1,92	23,8
	100		29,39	17,05	4,20	7,74	8,8	1,96	23,6
	200		29,35	17,1	4,20	7,6	8,8	1,94	23,75

D'après les résultats d'analyse obtenus, on a remarqué que l'ajout de nos deux extraits à différentes concentrations, n'avait aucun effet sur les propriétés physico-chimiques de la tomate conserve, que le concentré de tomate était bien protégé et sans l'ajout d'additifs. Le plus étonnant est que l'ajout de nos 2 extraits bien connus et confirmés par leur activité antioxydante

n'avait pas vraiment effet sur le pH de tomate, critère clé pour conservation de tomate (Figures 5.6 et 5.7).



Figures 5.6 : Histogramme de l'extrait de vigne.

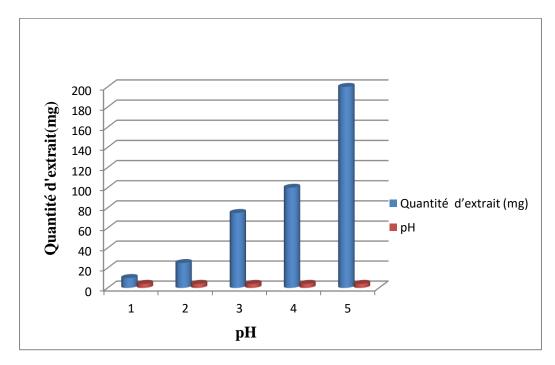


Figure 5.7 : Histogramme de l'extrait du romarin.

On a mesuré également les pH des divers concentrés de tomates, et les valeurs obtenues sont données dans le tableau (5.10). Ces valeurs de PH étaient un peu contrariantes, en effet on a trouvé que l'acidité de la tomate double concentré (Brix de 28% : pH= 4,15) était supérieur à

celle du triple concentré (Brix de 32% : pH : 4,19) (Figure 5.8) et les 3 valeurs de PH très inférieures à celle de la tomate naturelle variant dans un intervalle de 4,5 - 4,6. (Tableau 5.10).

d'échantillons	рН
СТ	4,16
DCT	4,15
TCT	4,19
Tomate naturelle	4,5 – 4,6

Tableau 5.10 : Variation du pH des différents concentrés de tomate.

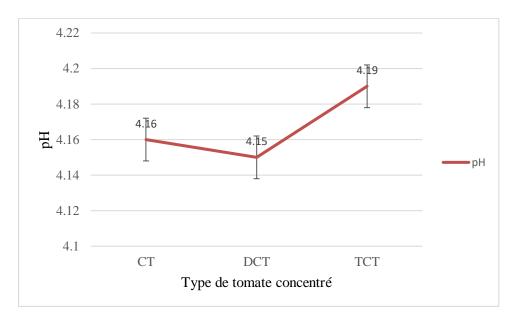


Figure 5 .8 : Courbe de pH des différents concentrés de tomate.

Les questions qui se posaient en elles même alors: POURQUOI, COMMENT et avec quoi le pH de la tomate a été ajusté dans les boites de conserves!!!!!!!!!!

Comme réponse au <u>pourquoi</u>, On a pu trouver qu'il ya forte relation entre la tomate et l'acidité du fait que la plupart des microorganismes, ont besoin d'air pour vivre. La mise en conserve (sous vide) inhibe tous ces microorganismes sauf une bactérie nommée *Clostridium botulinum*. Pour cela, le pH de la tomate mis en conserve doit être plus petit que 4,6 pour que *Clostridium botulinum*, une dangereuse bactérie, cesse de croître. C'est la valeur de référence assurant des aliments sécuritaires.

Egalement, pour répondre au <u>comment</u>, notre recherche n'était pas aussi difficile. En effet, dans le cas des tomates, elles ont un pH d'environ 4,6 (tout dépend de la variété de la tomate). Il vaut mieux leur rajouter un ingrédient acide, comme du jus de citron ou un autre agent acidifiant de synthèse pour assurer la conservation (inhibition de *Clostridium botulinum*).

Le tableau suivant indique la quantité d'acide à ajouter selon le volume du bocal avec deux options d'ingrédient acide: jus de citron ou acide citrique (http://www.nospetitsmangeurs.org/faire-ses- conserves-de-tomates).

Volume	du	bocal	Quantité à ajouter			
(L)			Jus de citron (ml)	Acide citrique (mg)		
	0,5		15	1		
	1		30	2		
	1,5		45	4		

Tableau 5.11 : Quantité d'acide à ajouter selon le volume du bocal avec deux acides.

Le problème est que rien n'est mentionné en termes d'additifs sur l'étiquetage de la tomate de conserve au niveau de toutes les conserveries Algériennes (Figure 5.9) !!!!!!!!!



Figure 5.9 : Double concentré du CAB.

Et ce qui confirme notre point d'interrogation est que même en l'Italie qui est parmi les premiers producteurs de tomate dans le monde, l'acide citrique est mentionné dans l'étiquetage (Figures 5.10 et 5.11). Notre investigation s'est donc élargie pour mieux comprendre ce qui se passe au niveau de la boite de la tomate de conserve.

Pas de changements au niveau des paramètres technologiques de DCT ?????.

Démarrant de ce point on a décidé d'effectuer une étude sur la composition de la tomate conserve préparée naturellement et suivant le même procédé industriel mais à l'échelle

laboratoire, par conséquence, notre thème se trouve complètement dévié, un nouveau plan de travail a été alors envisagé.



Figure 5.10 : L'acide citrique mentionné sur l'étiquetage de la tomate fabriquée en Italie avec emboitement métallique.



Figure 5.11: L'acide citrique mentionné sur l'étiquetage de la tomate fabriquée en Italie avec emboitage en verre.

Nouveau Plan de travail:

- Préparation du concentré de tomate naturelle fraiche avec des Brix de 22, 28 et 32 % successivement à l'échelle laboratoire.
- Comparaison du pH, goût, couleur et texture de la tomate préparée avec celle de l'industrie (Ben amor).
 - Tenter de valoriser l'ajout des extraits préparés sur la nouvelle tomate.

5.8. Préparation du concentré de tomate à l'échelle laboratoire

Comme indiqué dans le nouveau plan de travail, des concentrés de tomate avec divers Brix (22, 28 et 32 %) ont été préparés. Les tomates fraiches, ont été triées, pesées, lavées, à l'eau potable et broyées, le mélange a été concentré dans une marmite en inox, ensuite la purée de tomates a été déshydratée à 3 différentes concentrations dans un rota-vapeur pour éviter la dégradation des biomolécules de la tomate (Figure 5.12).



Figure 5.12: Concentration de tomate par rota-vapeur.

La différence entre la purée de tomate préparée au laboratoire et celle de la CAB était décelable à l'œil nu, en effet :

- La couleur de la tomate de conserve était rouge très foncé en comparant avec celle préparée au laboratoire (Figure 5.13),
- L'odeur et le goût des 2 concentrés de tomates étaient complétement différents,
 - la tomate de CAB donnait une mauvaise odeur en comparant avec celle préparée !!!
 - Le goût de CAB est un peu loin de la tomate naturelle avec une saveur plus acide.
- La tomate de conserve est plus visqueuse que celle préparée au laboratoire,
- La différence de prix est loin d'être comparable même, si ces conserves de tomate sont préparées avec des tomates fraiches à la période de son bas prix.



Figure 5.13: Comparaison de la couleur et l'odeur entre le triple concentré de l'usine Chine (A), et le triple concentré préparé au laboratoire (B).

5.9. L'empire de l'or rouge

Le plus grand point d'interrogation serait alors,,,,,, que contiennent ces boites de conserve de tomate largement consommée par le citoyen Algérien ????????

Après récapitulation et suivi de plusieurs enquêtes effectuées sur la tomate en conserve appelée suivant plusieurs journalistes et enquêteurs: Empire de l'Or rouge (Figure 5.14), il a été confirmé que des grands producteurs européens et chinois vendent, à l'Afrique, du concentré de tomate avec 55% d'additifs et colorants et 45% de tomates, dans des emballages qui n'en font pas indication. Les additifs rajoutés sont généralement des fibres de soja, de l'amidon, de dextrose et des colorants, les fibres de soja et amidon: matières premières vendues à très bas prix en chine, en plus, récoltées généralement par des enfants et des prisonniers.





Figure 5.14: Résultats d'enquetes effectuées sur l'or rouge

L'Afrique y apparaît comme un marché «poubelle», qui reçoit des produits de piètre qualité masqués par des emballages mensongers, pourtant le continent africain représente un immense marché pour ce produit. Notez qu'au Ghana, Nigeria, Côte d'ivoire et le Cameroun la tomate conserve ne contient que 31% de tomate, les additifs mentionnés représentent 69% !!!

L'Italie exporte des produits finis vers les quatre coins du continent, mais c'est surtout la Chine qui fournit 70% du marché africain. Le concentré est donc coupé avec de la fibre de soja, de l'amidon, du dextrose et des colorants, avant d'être réemballé. Les nouvelles boîtes et barils exportées en Afrique ne mentionnent pas ces additifs. Sur les étiquettes, ne figurent que deux ingrédients: de la tomate et du sel.

5.10. Ajustement de la concentration du concentré de tomate préparé au laboratoire

Une autre étape clé s'est avérée indispensable dans notre nouveau plan de travail; C'est bien l'ajustement de la concentration du concentré de tomate préparé au laboratoire avec 55% d'additifs et 45% de tomates (Brix de 28%).

Après beaucoup d'essais effectués au niveau du laboratoire LCA, ces essais basés sur l'ajout de différentes quantités d'additifs mentionnés précédemment (Figures 5.15) au concentré de tomate préparé, on est parvenu à avoir la même consistance que celle des boites de conserve CAB (Figures 5.16). On a pu détecter également le rôle de chaque additif, celui d'amidon était d'augmenter la viscosité de la tomate, mais en même temps, il diminuait le Brix. Le soja était le composé majoritaire dans cette recette chinoise, sans oublier l'ajout du sucre et bien évidemment de l'acide citrique puisque le pH de la tomate a augmenté suite à l'ajout de l'un des additifs (pH= 5,25), jusqu'à son ajustement au pH = 4,00.





Figure 5.15 : Le soja(a) et l'amidon (b)ajout és au conserve de tomate preparée au laboratoire.



Figure 5.16: Préparation de la tomate de conserve suivant la méthode chinoise !!!

La figure 5.16 illustre les deux conserves de tomate en rouge foncé la tomate de CAB et en couleur claire celle préparée au laboratoire après l'ajout des additifs, il est bien apparent l'obtention de la même consistance et viscosité, les deux couleurs sont différentes puisque le soja et l'amidon sont de couleur claire, et là apparait la nécessité d'ajout de colorant rouge pour remédier à cette nouvelle coloration, chose qu'on n'a pas voulu faire au laboratoire.

On note que le goût acide piquant de la tomate de conserve est dû à l'addition de l'acide acétique (ou citrique) car l'ajout du soja le change complètement.

5.11. Mesure du PH de conserve de tomate et comparaison des résultats

On a mesuré le PH des 2 conserves de tomate CAB (Figure 5.17) et celle préparée au laboratoire (Figure 5.18) avant et après l'ajout des différents additifs acides et les extraits des deux plantes, les résultats sont donnés dans les tableaux (5.11) et (5.12) et représentés graphiquement sur les figures (5.19) et (5.20) pour les deux différentes conserves de tomate respectivement.

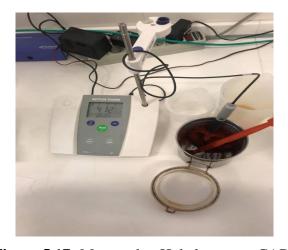


Figure 5.17: Mesure du pH de la tomate CAB.





Figure 5.18: Mesure du pH du concentré de tomate préparé au niveau de laboratoire.

Tableau 5.11 : Variation du pH de DCT (CAB) avant et après l'ajout des différents aditifs.

pH de tomate DCT(CAB)	Les additifs	pH DCT(CAB)
4.16	A. Citrique (pH =3,06)	4.16
	A. Salicylique (pH= 3,60)	4.17
	Jus de citron naturel (pH 2,60)	4.12
	Extrait de romarin (50mg)	4.16
	Extrait de la vigne (50mg)	4.17

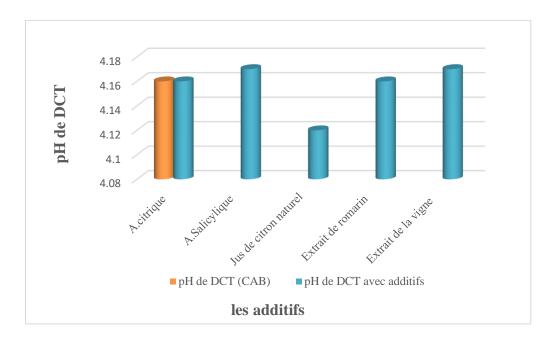


Figure 5.19: Variation du pH de DCT (CAB) après l'ajout des différents additifs.

Tableau 5.12: Variation du pH de tomate préparée dans laboratoire avant et après ajout des additifs.

pH de tomate préparée dans labo	Les additifs	pH de tomate avec additifs
	A. Citrique	4,1
	A. Salicylique	4,14
4,32	jus de citron	4,11
	romarin (50mg)	4,37
	vigne (50mg)	4,43

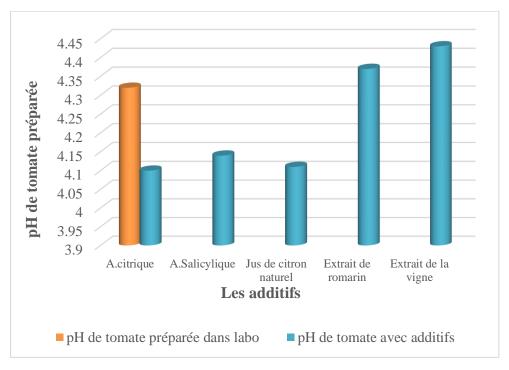


Figure 5.20: Variation du pH de tomate préparée dans laboratoire après l'ajout des différents additifs.

5.12. Validation des résultats obtenus

5.12.1. Validation par analyse HPLC

Dans le but de confirmer et valider nos résultats une analyse qualitative et quantitative par HPLC de la tomate de conserve de différentes sources s'est avérée indispensable, nous avons alors préparé des extraits hydro-éthanoïques de:

- La tomate préparée au laboratoire avec le Brix de 28%.
- La tomate de conserve CAB Ben amor Brix de 28%.
- La tomate de conserve de la chine Brix de 28%.
- La tomate de conserve Teloise qui est généralement exportée vers l'Italie.
- Soja broyée.
- Amidon.

Les extraits obtenus sont illustrés dans la figure (5.21). Après quelques heures, on a remarqué que Les extraits ont fait un dépôt jaune dans les cas de conserve de la chine et Ben amor, ce dépôt est absent dans le concentré de la tomate naturelle que nous avons préparé au laboratoire et absent également dans la Teloise (préparée dans la conserverie de Chlef) qui sera exportée vers l'Italie (Figure 5.22)!!!!!!!!!.



Figure 5.21 : Extraits éthanoïques d'amidon, soja, TTC de la Chine, TDC Ben amor, Préparé LCA, Teloise.





Figure 5.22 : Dépôt au niveau des conserves de la chine et de Ben amor. !!!

A première vue, ce dépôt est un indicateur d'un additif qui sera peut-être le soja et l'amidon !!!, Notons que ce dépôt est totalement absent dans les extraits de tomate préparée au laboratoire (avec ou sans additifs) et dans la Teloise qui sera exportée vers l'Italie.

La suivante étape de ce travail était de réaliser des analyses par HPLC des extraits obtenus, et de quantifier l'acide citrique dans les conserves de tomates industrielles afin de mettre en exergue notre investigation. Une fois les chromatogrammes obtenus, on pourra ainsi déclarer les additifs présents en qualité et en quantité, et avoir une idée sur la quantité d'acide

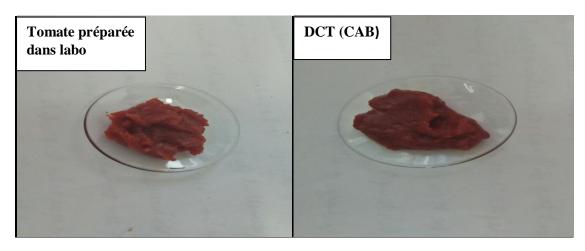
ajoutée et son effet sur la santé du consommateur Algérien. Malheureusement,,,,,, et malgré que tout a été préparé pour la réalisation de cette étape,,, ça n'a pas été accomplie !!!!!.

5.12.2. Validation par détection via sel iodé

Ça ne nous a pas empêché comme même de mettre en évidence la présence d'amidon dans la tomate CAB par le test de détection d'amidon par un sel iodé qui est l'iodure de sodium (NaI), puisque le polysaccharide réagit avec l'iode en changeant de couleur, la détection de l'amidon serait confirmée par le changement de couleur du mélange en violet foncé virant au noir.

Le test consistait à saupoudrer via petite spatule des pincées de sel NaI sur les conserves de tomates déjà mises dans des montres en verre, attendre quelques secondes ou bien quelques minutes (ca dépend de la quantité d'amidon présente dans les tomates) jusqu'à changement de couleur vers le violet sombre. Les résultats obtenus sont visualisés sur la figure (5.23).

Par ce test on confirme la présence et en quantité considérable d'amidon dans la tomate de CAB.



a - Tomate conserve avant l'ajout de réactif (NaI).



b - Tomate conserve après l'ajout de réactif (NaI).

Figure 5. 23: Tomate avant et Photos de après l'ajout de réactif (NaI)(3/7/2019).

5.13. Valorisation des polyphénols du romarin et de des sarments de la vigne dans la conservation de la tomate

Après notre investigation sur la tomate, il serait inutile de tester nos deux extraits dans la tomate de conserve. Les tests de conservation ont été faits pour les conserves de tomate préparées au laboratoire sans additifs à divers Brix (22, 28 et 32%) à l'aide de nos deux extraits à diverses concentrations. L'incubation a été effectuée à température ambiante loin de n'importe quel refroidissement et pour une durée de 45 jours.

La durée terminée, une dernière mesure du PH a été faite pour voir l'influence de nos extraits sur l'acidité de la conserve de tomate (Tableau 5.13).

5.13.1. Résultats de la conservation

Après 45 jours d'incubation les échantillons de tomate n'ont pas été contaminés.



Figure 5.23 : Les échantillons de tomates n'ont pas été contaminés.

Tableau 5.13 : Variation du pH après incubation.

Brix (%)	pH de tomate avant incubation	Antioxydant ajouté	Qtté (mg)	pH de tomate après incubation
22	3.99	romarin	50	4.19
		Vigne	25	4.24
28	3.96	Romarin	70	4.26
		Romarin	2,5	4.23
34	3.93	Romarin	3.25	4.18
		Vigne	50	4.29

On a noté également :

- L'augmentation du pH de 3,98 à 4,29,
- -L'absence de dégagement de gaz dans tous les tubes non contaminés,
- -L'absence de changement de texture et de la couleur dans tous les tubes non contaminés,
- -L'absence de changement de l'odeur,

Notons que le changement de l'un de ces paramètres est considéré comme un indice de la présence d'une charge microbienne.

Certains tubes ont montré contamination peu importe la concentration de l'extrait ajouté, on a pu expliquer ca par la mauvaise étanchéité de certains tubes (Figure 5.24).





Figure 5.24: Début de contamination de la tomate.

Conclusion

Avec près de 15 kg par an et par habitant, la tomate est devenue, cinq siècles après sa découverte, le premier légume-fruit consommé dans le monde.

Le but de notre étude était la valorisation des polyphénols du Romarin et des sarments de la vigne dans la conservation de la tomate.

Dans un premier lieu une estimation quantitative des polyphénols totaux en équivalent d'acide gallique des extraits hydroalcooliques des sarments de Vitis vinifera et des feuilles de *Rosmarinus officinalis* a été réalisée par la méthode de Folin Ciocalteu, l'acide gallique a été utilisé comme standard.

Une fois les extrais des sarments de *Vitis vinifera* et de *Rosmarinus officinalis* obtenus, leur activité antioxydante a été évaluée par le test antiradicalaire qui consistait à estimer la capacité du DPPH à piéger les radicaux libres. L'étude a révélé que les deux extraits possédaient une excellente activité antioxydante. Il est fort probable qu'ils contiennent des composés qui, une fois purifiés, peuvent présenter une activité comparable à celle des substances de références.

La proposition était d'utiliser les extraits de Romarin et de la vigne pour la conservation de la tomate et les comparer avec celui de synthèse déjà utilisé. Pour la réalisation de cette étape, Nous avons effectué un stage de un mois dans la conserverie de Amor Ben amor de Guelma (El Fedjoudj),

Notre étude sur la tomate était consacrée au suivi analytique du concentré de tomate. Nous avons effectué les analyses du simple, double et triple concentré (locale, chine). Les différentes analyses sont : Brix, pH, viscosité, Acidité, Couleur (a/b, L).

L'utilisation de nos extraits comme conservateurs dans les tomates conserves au niveau de l'usine de Amor ben Amor Guelma, n'a donné aucun résultat à cause des additifs déjà ajoutés dans ces conserves sans être mentionnés dans l'étiquetage, ce qui nous a encouragé à dévier l'axe de notre sujet et à préparer du concentré de la tomate avec un Brix de 22, 28 et 32 % au niveau de laboratoire, et comparer les résultats du pH, goût, couleur et texture de la tomate préparée avec celle de l'industrie (Ben amor).

D'après les deux chromatogrammes des deux extraits obtenus par HPLC et en comparant avec la littérature, on pourra supposer que les 02 pics majoritaires sont l'acide rosmarinique pour l'extrait de Romarin et le trans-resveratrol pour l'extrait de sarment de vigne. Ça reste à confirmer par une étude analytique et quantitative par HPLC plus détaillée une fois les standards acquis.

D'après les chromatogrammes obtenus, nous remarquons que cette extraction sélective nous permettra dans des travaux prochains de purifier ces deux composés et même de les utiliser comme standards ultérieurement.

Au cours de ce stage, nous avons beaucoup appris; les rapports que nous avons tirés de cette expérience professionnelle peuvent être regroupés autour de trois idées principales: les compétences scientifiques acquises, les difficultés rencontrées et les solutions apportées ainsi que la vie en société.

- Adesegun S.A., Fajana A., Orabueze C.I., Coker H.A.B. (2007): Evalouation of Antioxidant Properties of Phaulopsis Fascisepsepala CBCI (Acantaceae). Oxford Journal. 6:227-213.
- ➤ Aichiou K., Saidani L. (2014): Teneur en composés phénoliques et activité antioxydante d'extraits bruts du fruit de caroubier (Ceratoniasiliqua) ,2013/2014.
- Allouani M. (2011): Contribution à l'étude des causes de la disparition du patrimoine Végétal local à travers La Viticulture, 2010/2011.
- Almela, L., S'anchez-Munoz, B., Fern'andez-L'opez, J.A., Rocaa, M.J., Rabea, V. (2006): Liquid chromatograpic—mass spectrometric analysis of phenolics and free radical scavenging activity of rosemary extract from different raw material. Journal of Chromatography A, 1120, 221-229.
- Amine N H., Kerima A. (2018): Extraction et analyse des polyphénols pour application des adhésifs verts pour l'industrie de bois,page 18,2017/2018.
- Amira. (2006): Biological effects of resveratrol. Life Sciences, 66, 663-673.
- Amira G. H. (2007): Polyphnols des sarments et des rafles de la vigne (vitis vinifera L.) et du vin, purification, dosage et activitésbiologiques, Soutenue publiquement le 26 Mai 2007.
- Anonyme. (1998) : Guide d'inspection qualité sur les concentrés de tomates, Centre Algérien du Contrôle de la Qualité et de l'Emballage (CACQE), p. 1-19.
- Anonyme. (2007) : Bilan de la production de la tomate en 2007. Ministère de l'agriculture. Algérie.
- Anonyme 2 (2007): Sarl CASAP. Variétés de tomate. (PDF).3P.
- Anonyme. (2009): Evaluation de la campagne de transformation de tomate en Algérie Ministère du commerce. Algérie.
- Apperet N. (1800): appertisation : procède de conservation des aliments, (paris), p.238.
- Arslan et Musa O. (2008): Mineral content of some herbs and herbal teas by infusion and decoction. Food Chemistry. 106 (3), 1120-1127, 2008.
- Atik Bekkara F., Bousmaha L., Taleb bendiab S.A., Boti J.B., Casanova J. (2007): Composition chimique de l'huile essentielle de Rosmarinus officinalis L poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. Biologie & santé.7:6-11.
- Atrouz K. (2014): Aptitude à la rhizogénèse de quelques variétés porte-greffes de vigne (Vitisvinifera L.) en conditions de laboratoire (semi-contrôlées), 2013/2014.
- ➤ Babar A M., Hahn E.J., Paek K.Y. (2007): MethylJasmonate and Salicylic Acid Induced Oxidative Stress and Accumulation of Phenolics in Panax ginseng Bioreactor Root Suspension Cultures. Molecules. 2007, Vol. 12; pp 607-621.

- **Bahorun T.** (1997): substances naturelles actives: la flore mauricienne, une source d'approvisionnement potentielle. AMAS. Food and agricultural rsearchcouncil. Reduit. Mauritius.
- ▶ Bakirel T., Bakirel U., Keles O.U., Ulgen S.G., Yardibi H. (2008): In vivo assessment of antidiabetic and antioxidant activities of rosemary (Rosmarinus officinalis) in alloxan-diabetic rabbits. Journal Ethnopharmacol, 116, 64-73.
- ▶ **Ball C.O. 1957:** sterilization in food technology theory, practice and calculation, McGrawhill. Dans CHEFTEL J.C; CHEFTEL H et BESANCON P, 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments vol 2. Technique et documentation. Lavoisier; p 255-257.
- ➤ Balentine C.W., Crandall P.G., O'Bryan C.A., Duong D.Q. & Pohlman F.W. (2006): The pre-and post-grinding application of rosmary and its effects on lipid oxidation and during storage of ground beef.Meat Science.73, p.413-421.
- ► Barnes J., Linda A., Anderson J., David P. (2007): Herbal Medicines, Toisième édition)
- ➤ Bartholin et Kouaa. (1981): Stockage en vrac des concentrés de tomate et transfert de la première à la seconde transformation, rapport d'étude CTC.PA/and info-thecno, CTC PA, station de pugricard N°29.
- **Basga H., Tekkaya C. and Ackikel F. (1997)**: antioxidative and free radical scavenging properties of rosemary extract. Food Sci Technol (London), 1997 30 105-8.
- **Bellakhder J.** (2006): Précis de phytothérapie moderne ; plantes médicinales au Maghreb et soin de base /Ed le Fennec. P. 294-295.
- **Beloued A.** (2001). Plantes médicinales d'algérie. édition O.P.U.
- **Ben-Aziz A., Britton, G., and Goodwin T. W. (1973)** Carotene epoxides of Lycopersicon esculentum, Phytochemistry 12, 2759-2764.
- **Benkhadimalleh R et Kismoun S. (2014) :** Etude phytochimique et biologique de la plante sturejacalamintha. Mémoire du Master Université de constantine-1.
- ➤ **Benton J.** (2008). Tomato plant culture: In the field, Greenhouse, and home garden, deusièmeédition. Edition: Taylor et Francis Group. New York. 399p.
- ➤ Benzira C et Guerin B (2002): Plantes et réactions cutanées. John Libbey Eurotext, ed ., Montrouge, Amazon, France. P.160 pages.
- ➤ Bertschinger L. (2003): Données de base pour la fumure en arboriculture fruitière, Eidgenossiche, Forschungsanstalt, Postfach, wadenswil. 48p. (7, 16, 18,24).
- ➤ Blancard D. (2009).Les maladies de la tomate, identifier, connaître, maîtriser. Edition : Quæ. Paris. 691p.

- ▶ Blois M S. (1958): Antioxidant determinations by the use of stable free radical. Nature. (181): 1199-1200.
- ▶ Bloomer RJ and Fisher-Wellman KH. (2008): Blood Oxidative Stress Biomarkers: Influence of Sex, Training Status, and Dietary Intake. Gender Medicine. 2008, 5(3) pp 218-28.
- **Boizot N**; Charpentier J.P. (2006): Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. Méthodes et outils pour d'observation et l'évaluation des milieux forestiens, prairiaux et aquatiques, *INRA*, 2006, pp 79-82.
- **Boulard.**, (2010): l'effet antibactérien de Nigella sativa. Université Kasdi Merbah Ouargla.
- **Bourzeix M., Weiland D., Heredia N.** (1986): A study of catechins and procyanidins of grape clusters, the wineand other by-product of the wine. Bulletin de l'O.I.V 669-670, 1173-254.
- ➤ **Boutekedjiret.** (1998) .The essential oils from Rosmarinus officinalis .L in Algéria.J.Essent Oil Res., 10,680-682).
- ▶ Brand-Williams W., Cuvelier M E., Berset C. (1995): Use of à free radical method toevaluate antioxidant activity. Lebensmitel–Wissenschauft and Technologie. (28): 25-30.
- **Brouillard R., DélaporteB. (1997) :** J.Am. Chem. Soc. 1999. 8461-8468 p.
- ➤ Browne RW, Bloom MS, Schisterman EF, Hovey K, Trevisan M, Wu C, Liu A, Wactawski-Wende J. (2008): Analytical and biological variation of biomarkers of oxidative stress during the menstrual cycle. Biomarkers. 2008, 13(2): pp 160-83.
- **Brun et Montarone, 1987 :** pH du milieu et réaction de la plante- Différences spécifiques et variétales. Ed Librairie, pp. 153-170.
- ➤ Bruneton J. (1993): Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes médicinales. 2ème édition, Lavoisier Techniques & Documentation, Paris.
- ➤ Bruneton J. (1999): Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes Médicinales. 3ème édition, Lavoisier Techniques & Documentation, Paris.
- ➤ Bruneton J. (2009): Pharmacognosie : Phytochimie, plantes médicinales, 4éme édition demédicales internationales (Tec et Doc), Paris: 1288.
- **Bult, H., Herman, A.G., Rampart, M.** (1995). Modification of endotoxin induced haemodynamic and haematological changes in the rabbit by methyl predrisolone F (ab') 2 fragments and rosmarinic acid. Br. J.Pharmacol, 84,317-327).
- ➤ Capanoglu, E., Beekwilder, J., Boyacioglu, D., Hall, R., and De Vos, R. (2008) Changes in antioxidant and metabolite profiles during production of tomato paste, Journal of Agricultural and Food Chemistry 56, 964-973.

- ➤ Çetin E.S., Altinöz D., Tarçan E. &GöktürkBaydar N.(2011) :Chemical composition of grape canes. IndustrialCrops and Products, 34, p.994-998.
- ChakouFatma Zohra., Medjoudja Kenza.(2014) :Étude bibliographique sur la phytochimie 2013/2014.
- Chan, M.M., Hoc, T., Huang, H.I. (1995). Effects of three dietary phytochemicals from tea, rosemary and turmeric on inflammation –induced Nitrite production .Cancer Lett, 96, 23-29)
- Chanforan C, 2010 : Stabilité de microconstituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation : études en systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate. l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse
- Chaux C. et Foury C. (1994). Productions légumières, Tome III : légumineuses potagères, légumes fruits. Edition : Lavoisier tec et doc. Paris. 563p.
- Chikhi I. (2014): Composition chimique et activités biologiques des extraits de cinq plantes aromatiques et médicinales de l4ouest D'Algérie. Thèse de Doctorat. Université de Tlemcen.121p.
- Choi, B.H., Choi, J.S., Min, D.S., Yoon, S.H., Rhie, D.J., Jo, Y.H., Kim, M.S., Hahn, S.J.
 - (2001). Effects of (–)-epigallocatechin-3-gallate, the main component of green tea, on the cloned rat brain Kv1.5 potassium channels. Biochem. Pharmacol., 62,527–535.
- **Coll. 2006 :** «Agrodok », Wageningen, 2006, p.105.
- Congo M., (2012): Etude des propriétés antiradicalaire et antiproliferative d'extraits de feuilles et de rameaux de Salvadora Persica L. (Salvadoraceae). Thèse de pharmacie. Université d'Ouagadougou Burkina Faso : 42p.
- **Cowan.** (1999): Plant products as antimicrobial agents. Clinicalmicrobiologreviews., 12(4):564-570.
- Crozier A., Clifford M.N., Ashihara H., (2006): PlantSecondaryMetabolites: Occurrence, Structure and Role in the HumanDiet,EdtBlackwellPublishing Ltd.
- Crozier A.,Del Rio D.,Clifford M.N.(2010):Bioavailability of dietaryflavonoids and phenolic compounds. Molecular Aspects of Medicine, 31: 446–467.
- ➤ Cuvelier M.E., Richard H., Berset C. (1996). Antioxidative activity and phenolic composition of pilot-plant and commercial extracts of sage and rosemary. Journal of the American Oil Chemists Society, 73, 645–652.

- ▶ Daferera, D. J., Ziogas, B. N., Polissiou, M. G. (2003). GC-MS analysis of essential oils from some Greek aromatic plants and their fungitoxicity on Penicillium digitatum. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 48, 2576-2581.
- ▶ Davies JN. et Hobson GE. (1981). The constituent of tomato fruit-the influence of environment, nutrition, and genotype. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 15: 205-280.
- **Del Campo, J., Amiot, M.J., Nguyen-The, C. (2000).** Antimicrobial effect of rosemary extracts. Journal of Food Protection, 63,1359−1368.
- Dellacassa, E., Lorenzo, D., Moyna, P., Frizzo, C.D., Serafini, L.A., Dugo, P. (1999). J. Essent. Oil Res., 11, 27–30).
- Djenane, D., Sa'ncheDjenane, D., Sa'nchez-Escalante, A., Beltra'n, J. A., Roncale's, P. (2002). Ability of atocopherol, taurine and rosemary, in combination with vitamin C, to increase the oxidative stability of beef steaks packaged in modified atmosphere. Food Chemistry, 76, 407–415.
- Edwin N; Frankel Shu-Wen Huang; Robert Aeschbach and Elizabeth Prior. (1996): Antioxidant Activity of a Rosemary Extract and Oil-in-Water Emulsion. J.Agric. Food Chem., 1996,44(1), pp 131-135.
- Elattir H; Skirdg A; et Elfadel A. (2003): fiches technique V: la tomate, l'aubergine, le poivron, le gombo. Plan National de Transfert de Technologie en Agriculture (PNTTA) N° 100. 04
- **Elmhirst J.** (2006). Profil de la culture des tomates de serre au Canada. Edition : agriculture et agroalimentaire Canada. Canada.50p.
- Es-safi R.I., Sadok A., Khalaf N., Fathallah D.M. (2007): A strategy for high –level expression of soluble and functional human interferon alpha as a GST-fusion protein in *E. coli*. *Protein Eng Des Sel*. 20: 201–209.
- Falleh H., Ksouri R., Chaieb K., Karray-Bouraoui N., Trabelsi N., BoulaabaM., AbdellyC. (2008): Phenolic composition of CynaracardunculusL.organs, and their biologicalactivities. Comptes Rendus Biologies, 331: 372-379.
- FAO et OMS, 1999 : Programme mixte sur les normes alimentaires. Cession Codex
- **FAO STAT, 2011 :** food and agriculture organisation coporate statical database. Alimentaires. Rome, p.12-40.
- Fawcett, J.R., Bordayo, E.Z., Jackson, K., Liu, H., Peterson, J., Svitak, A., Frey II, W.H. (2002). Inactivation of the human brain muscarinic acetylcholine receptor by oxidative damage catalyzed by a low molecular weight endogenous inhibitor from Alzheimer's brain is prevented by pyrophosphate analogs, bioflavonoids and other antioxidants, Brain Res., 950 10–20).

- Ferna'ndez-Lopez, J., Zhi, N., Aleson-Carbonell, L., Pe'rez-Alvarez, J. A., Kuri, V. (2005). Antioxidant and antibacterial activities of natural extracts: application in beef meatballs. Meat Science, 69,371–380.
- Frémont, L. (2000): Biological effects of resveratrol. Life Sciences, 66, 663-673.
- Frutos, M.S., Hermandez –Herrero, J.A. (2005). Effect of rosemary extract (Rosmarinus officinalis) on the stability of bread with an oil, garlic and parsley dressing.LWT, 38, 651-655.
- Gall, G., DuPont, M. S., Mellon, F. A., Davis, A. L., Collins, G. J., Verhoeyen, M. E., and Colquhoun, I. J. (2003) Characterization and content of flavonoid glycosides in genetically modified tomato (Lycopersicon esculentum) fruits, Journal of Agricultural and Food Chemistry: 51 (9) 2438-2446 51, 2438-2446.
- Galet P. (1993): Précis de viticulture. 6ème édition, Edit. Déhan, Montpellier, 575 p.
- Gilli (2007): Mosquito replient activity of essencial olis of armatic plants.
- Goloubiev et Chebane, 1988 : Traitement par membrane de pulpe de tomate. Ind. Alim. agric. 10 : 929-932.
- Gomez-Caravaca A.M., Gomez-Romero M., Arraez-RomanD., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutierrez A.(2006): Advances in the analysis of phenolic compounds in products derived from bees. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 41: 1220-1234.
- ➤ Goose P.G; Bensted R. (1973): Tomato paste and other tomato products. Food trade press 2nd edition.London V2. 270P.
- Guidoni S., Mannini F., Ferrandino A., Argamante N. & Di Stefano R.(1997): The effect of grapevineleafroll and rugosewoodsanitation on agronomic performance and berry and leafphenolic content of a Nebbiolo clone (Vitisvinifera L.). American Journal of Enology and Viticulture, 48(4), p.438.
- **H**; Mazumder et al., (1997).
- ➤ Hamidouche O. Boulhout S ; Aissat K (2013) : Contribution au suivi phytosanitaire des cultures de tomate sous serre à la wilaya de Tipaza, p. 3-7.
- ➤ **Harborne J.B.** (1967): Comparative Biochemistry of the Flavonoids. Academic Press, London.
- ➤ HarborneJP. (1989): Generalprocedures and measurement of total phénolics. In : HarborneJP. Plant phenolics .AcademicPress, Londres, 1-28.
- Hayouni E., Abedrabba M., Bouix M., Hamdi M. (2007): The effects of solvent and extraction method on the phenolic contents and biological activities in vitro of Tunisian *Quecus coccifera* L. and *Juniperus phoenicea* L. fruit extracts, *Food Chem.* 105: 1126-1134.

- Hmamouchi M., Es-Safi N., Lahrichi M., Fruchier A. &Essassi, E.(1996): Flavones and flavonols in leaves of someMoroccanVitisvinifera cultivars. American Journal of Enology and Viticulture, 47(2), p.186.
- ► Hodgson J. M., Croft K.D. (2010): Teaflavonoids and cardiovascular health. Molecular Aspects of Medicine, 31: 495–502.
- ► Holvoet P. (2004): Oxidized LDL and coronaryheartdisease., Acta Cardiol., 59, 479-484.
- ➤ **Hopkins W. G., 2003 :** Physiologie végétale. 2éme édition américaine, de Boeck et Lancier SA, Paris: 514.
- ➤ Horvath, G., Wessjohann, L., Bigirimana, J., Jansen, M., Guisez, Y., Caubergs, R., Horemans, N. (2006). Differential distribution of tocopherols and tocotrienols in photosynthetic and non-photosynthetic tissues. Phytochemistry, 67, 1185–1195.
- ➤ **Huglin P. et Schneider C., 1998 -** Biologie et écologie de la Vigne. Edit. Tec & doc, Paris, 370 p.
- **Hulme A C (1971)**: the biochemistry of fruits and their products. Vol.2, ed.1971.
- ➤ **Ibanez, E.** (2005). In vitro antioxydant analysis of supercritical fluid extract from rosmary (*Rosmarinus officinalis L*). Eur. Food Res. Technol., 221,478-486.
- ➤ Inatani, R., Nakatani, N., Fuwa, H. (1983) .Agric. Biol. Chem, 47, 521
- Iserin P., Masson M., Restellini J. P., Ybert E., De laage de meux A., Moulard F., Zha E., Du la roque R., Du la roque O., Vican P., Deelesalle-Feat T., Biaujeaud M., Ringuet J., Bloth J., Botrel A .2001: Larousse des plantes médicinales : identification, préparation, soins. 2éme édition de VUEF, Hong Kong: 335.
- Jang M., Cai L., Udeani G.O., Slowing K.V., Thomas C.F., Beecher C.W., FongH.H., Farnsworth N.R., Kinghorn A.D., Mehta R.G., Moon R.C., Pezzuto J.M. (1997): Cancer chemopreventive activity of resveratrol, a natural product derived from grapes. Science, 275: 218-220.
- Farzaneh Shishehgarha. (1999): étude de l'effet de la lyophilisation sur le volume et la couleur des petits fruits Décembre 1999.
- Jeandet P., Bessis R., &Gautheron B. (1991): The production of resveratrol (3, 5,4'-trihydroxystibene) by grapeberries in different developmental stages. American Journal of Enology and Viticulture, 42, 41-46.
- ➤ Kangni K. (1991): Conception d'une usine de conservation de la tomate. Thèse de doctorat. Ecole polytechnique. Sénégal.112p.
- ➤ Kholkhal F. (2014): Etude phytochimique et activité antioxydante des extraits des composes phénoliques de thymus cialiatus ssp coloratus et ssp eucialiatus. Thèse de doctorat. Université de Tlemcen.164p.

- ➤ **Kirschvink N, de Moffarts B, Lekeux P. (2008) :** The oxidant/antioxidant equilibrium in horses. The Veterinary Journal. 2008, Vol.177; pp 178–191.
- **Kribes O., Larafa M. (2018):** contribution à l'étude phytochimique et évaluation de l'activité anti oxydante de rosmarinus officinalis.
- ➤ Krimi S ; Kebabssa F ; Ouareth S. (2014) : Suivi de la qualité de la tomate en conserve de la conserverie AMOR BENAMOR El-Fedjouj-Guelma (Nord-est Algérien) : Application de la méthode HACCP. Mémoire de master. Université de Guelma.
- Lansing Prescott; Jhon H; Donald-A Klein. (2003): Microbiologie, 5e éd., De Boeck, Bruxelles, 2003, 1164 p. (ISBN 2-8041-4256-6), p. 972 à 974.
- Larousse J; Lavoisier. (1991) : Conserve appertisée. Aspects technique et économique, Edition apria
- **Laumonnier R. (1979).** Culture légumières et maraichères, tome III. Edition : Bailliere. Paris. 279p.
- Lenucci M. S; Cadinu D; Taurino M; Piro G et Dalessandero G (2006): Antioxidant composition cherry and high pigmented tomato cultivers. Journal of agricultural and Food Chemistry, 54, 2606-2613.
- Leonardi, C., Ambrosino, P., Esposito, F., and Fogliano, V. (2000) Antioxidative activity and carotenoid and tomatine contents in different typologies of fresh consumption tomatoes, Journal of Agricultural and Food Chemistry 48, 4723-4727.
- Lo, A.H., Liang, Y.C., LinShian, C.Y. (2002). Carnosol, an antioxydant in rosemary, suppresses inducible nitric oxide synthase through down-regulating nuclear factor KB in mouse macrophage. Carcinogenesis, 23,983-991).
- Luthria, D. L., Mukhopadhyay, S., and Krizek, D. T. (2006) Content of total phenolics and phenolic acids in tomato (Lycopersicon esculentum Mill.) fruits as influenced by cultivar and solar UV radiation, Journal of Food Composition and Analysis 19, 771-777.
- Macheix JJ., Fleuriet A., Billot J., (1990): Fruit phénolics. CRC Press, Boca Raton.
- MADR, 2010 : Statistiques Agricoles, Superficies et produits. Ministère de l'agriculture et du développement Rural, Alger.
- Madi A. (2010): Caractérisation et comparaison du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales (Thym et Sauge) et la mise en évidence de leurs activités biologiques. Thèse de Magister de l'Université de Constantine.
- Magalhaes L.M., Segundo M.A., Reis S., Lima J. (2008): Methodological aspects about *in vitro* evaluation of antioxidant properties, Analytica Chimica Acta, Vol.613; pp01-19.

- Manach C., Mazur A., Scalbert A. (2005): Polyphenols and prevention of cardiovascular diseases. Current Opinion in Lipidology, 16: 1–8.
- Marinova E., Yanishleiva N; Ganiva I (1991): Antioxidative effect of Bulgarian rosemary and inhibiting activity of its carnosol Oxidation Communications, 1991. 14 125-31.
- Marsic, N. K., Sircelj, H., and Kastelec, D. (2010) Lipophilic antioxidants and some carpometric characteristics of fruits of ten processing tomato varieties, grown in different climatic conditions, Journal of Agricultural and Food Chemistry 58, 390-397.
- Martin S., Andriantsitohaina R. (2002): Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. Annales de cardiologie et d'angéiologie. 51:304-315.
- Mémento de l'agronome, 2003 (https://agronomie.info/fr/phases-de-developpement-de-la-plante-de-tomate/Mars.)
- Miladi, 1970: Introduction à la composition et la technologie de la tomate. INN Ed grand magreb, Tunisie, p. 99.
- Moco, S., Bino, R. J., Vorst, O., Verhoeven, H. A., Groot, J. d., Beek, T. A. v., Vervoort, J., and Vos, C. H. R. d. (2006) A liquid chromatography-mass spectrometry-based metabolome database for tomato, Plant Physiology 141, 1205-1218.
- Molyneux P., Songklanakarin J. (2004): The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. SciencesTechnology .Vol 26 (2): 211-219.
- Monagas M., Hernández-Ledesma B., Gómez-Cordovés C. & Bartolomé B. (2006): Commercial dietary ingredients from Vitisvinifera L. leaves and grape skins: antioxidant and chemical characterization. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54(2), p.319–327.
- ➤ MTCTHG, 2009 : Magazine Trimestriel du Centre Technique Horticole de Gembloux N°27.iuin 2009.
- \triangleright (Munné-Bosch, S., Schwarz, K., Alegre, L. (1999). Enhanced formation of α-tocopherol and highly oxidized abietane diterpenes in water-stressed rosemary plants. Plant Physiol, 121, 1047-1052).
- ➤ Munoz, M.I., Barberan, F.T. (2004). Polyphenolic compounds of Mediterranean Lamiaceae and investigation of orientational effects on Acanthoscelides obtectus (Say) .Journal of Stored Products Research, 40, 395–408).
- Naika S., De Jeude J., De Goffau M., Hilmi M. et Van Dam B. (2005). La culture de la tomate (production, transformation et commercialisation) cinquième édition. Edition : Wageningen. Pays-Bas. 105 p.

- Nordberg J. Arner ESJ. (2001): Reactive oxygen species, antioxidants and the mammalian thiredoxin system. Journal of Free Radicals in Biology and Medicine, Vol 31(11), pp: 1287-1312.
- Nyabyenda P. (2007). Les plantes cultivées en régions tropicales d'altitude d'Afrique : Culture industrielles et d'exportation, culture fruitières, culture maraichères. Edition : Presses Agronomique de Gembloux. Wageningen. Pays-Bas. 241p.
- ➤ OralloF. (2006): Comparative Studies of the AntioxidantEffects of Cis- and Trans-Resveratrol., Curr. Med. Chem., 13, 87-98.
- > Ozcan M. (2004): Mineral Contents of Some Plants Used as Condiments in Turkey. Food Chemistry, 84, 437-440.
- **P.GALET.** (1988) : Précise de viticulture.
- **Parnham et Kesselring (1985)** Rosmarinic acid. Drugs of the Future, 10, 756–757
- Perret C. (2001): Thèse : Analyse des tanins inhibiteurs de la stilbène, oxydase produite par Botrytis cinerea, Université de Neuchâtel, Faculté des sciences.
- Perrot et Paris R (1971): Les plantes médicinales. Presses universitaires de France. Paris.
- Petersen, M., Simmonds, M.S.J. (2003). Rosmarinic acid, Phytochemistry, 62, 121-125.
- Prajapati V., Tripathi A K., Aggarwal K K., Khanuja S P S. (2005): Insecticide, repellent

1749-1757.

- **Portes E. (2008):** Synthèse et Etudes de Tétrahydrocurcuminoïdes. Propriétés Photochimiques et antioxydants. Applications à la Préservation de Matériaux d'Origine Naturelle. Thèse de doctorat Université Bordeaux I. p 44-46.
- **Powers SK, Smuder AJ, Kavazis AN, Hudson MB. (2010):** Experimental guidelines for studies designed to investigate the impact of antioxidant supplementation on exercise performance. International Journal of Sport Nutrition and Exercise Metabolism. 2010, Vol. 20; pp 2–14.
- ➤ Püssa T.,Floren J., Kuldkepp P. &Raal, A. (2006): Survey of grapevineVitisvinifera stem polyphenols by liquidchromatography-diode arraydetection-tandem mass spectrometry. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54(20), p.7488–7494.
- ➤ Quezel P. et Santa S (1963): Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. CNRC, ed, Paris.
- Raux J, 1990: Le conditionnement aseptique. Edition apria, Paris, p. 28-29.
- Rasooli I., Fakoor M.H., Yadegarinia D., Gachkar L., Allameh A., Rezaei M.B. (2008): Antimycotoxigenic characteristics of Rosmarinus officinalis and Trachyspermum copticum L. essential oils. International Journal of Food Microbiology, 122, 135–139.

- Re, R., Bramley, P. M., and Rice-Evans, C. (2002) Effects of food processing on flavonoids and lycopene status in mediterranean tomato variety, Free Radical Research 36, 803-810.
- Regnault-Roger, C., Ribodeau, M., Hamraoui, A., Bareau, I., Blancharda, P., Gil-(Scarpati, M.L., Oriente, G. (1958). Isolamento e costituzione dell'acidorosmarinico (dal Rosmarinus off.). Ric. Sci., 28, 2329–2333).
- Rey Y et Castes C, 1965:La physiologie de la tomate. Edition INRA Paris ; P. 50-84.
- **Reynier A. (2007) :** Manuel de viticulture. Edit, Tec. Doc, Paris, 532 p.
- Ribereau, Gayon P. (1968): Les composés phénoliques des végétaux, Dunod, Paris, p254.
 - ➤ Ricardo Da Silva J. M., Rosec J. P.,Bourzeix M., Mourgues J.,Moutounet M., Dimer and Trimer Procyanidins in Carignan and MourvedreGrape and Wines (1992): Vitis 1992,31, p55-63.
- Richheimer, S. L., Bailey, D. T., Bernart, M. W., Kent, M., Vininski, J. V., Anderson, L.D. (1999). Antioxidant activity and oxidative degradation of phenolic compound isolated from rosemary. Recent Research Development in Oil Chemistry, 3, 45–58.
- Sacchetti G., Maietti S., Muzzoli M., Scaglianti M., Manfredini S., Radice M., Bruni R. (2005): Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. Food Chem. 91: 621-632.. Growing in Argentina.Bioresource Technology. (In press).
- Sadoc D; Zedak S (2016): Etude de qualité physico-chimique et microbiologique d la conserve du concentré de tomate (TELLOISE) p.2.
- Sadou S.I. (2018): contribution à l'étude phytochimique et évaluation de l'activité anti oxydante de tivis vinifera.
- Salido, S., Altarejos, J., Nogueras, M., Sánchez, A., Luque, P. (2003). J.Essent. Oil Res, 15, 10–14).
- Sarni-Manchado P., & Cheynier V., 2006: Les polyphénols en agroalimentaire. Londres, Paris, New York: Tec & Doc, Lavoisier.
- Sarni-Manchado P., Veronique C., 2006: Les polyphénols en agroalimentaires. Collection sciences et techniques agroalimentaires, édition TEC et DOC, Paris (France): 398.
- Sayre LM, Moreira PI, Smith MA, Perry G. (2008) Metal ions and oxidative protein modification in neurological disease. Ann Ist Super Sanità., Vol. 41(2); pp 143-164.
- Schwarz, K., Ternes, W. (1992). Z Lebensm. Unters. Forsch. 195-199.

- **Sebrotynek et al., (2005):** Comparison of natural rosemary extract and BHA/BHT for relative antioxidant effectiveness in pork sausage. Meat Science.96: 289-296.
- Setelo-Felix, J.I., Martinez-Fong, D., Muriel, P., Santillán, L., Castillo, D. (2002). Evaluation of the effectiveness of Rosemarinus officinalis L in the alleviation of carbon tetrachloride-induced acute hepatoxicity in the rat. J. Ethnopharmacol, 81,145–154)
- Shklar G. (1998). Mechanisms of cancer inhibition by anti-oxidant nutrients. Oral Oncol, 34, 24–29.
- Singletary, K.W., Nelshoppen, J.M. (1991). Inhibition of 7, 12-dimethylbenz α-anthracene(DMBA) induced mammary tumorigenesis and of in vivo formation of mammary DMBA-DNA adduct by rosemary extract .Cancer Lett, 60,169-172).
- Singleton V. L., & Rossi J. R. (1965): Colorimetry of total phenolics with Phosphomolybdicphosphotungstic acid. American Journal of Enology and Viticulture, 16, 144-158.
- Slimestad, R., and Verheul, M. J. (2005) Content of chalconaringenin and chlorogenic acid in cherry tomatoes is strongly reduced during postharvest ripening, Journal of Agricultural and Food Chemistry 53, 7251-7256.
- ➤ Snoussi S. (2010).Rapport de mission étude de base sur la tomate. Edition : GTFS/REM/070/ITA. Algérie.52p
- Soliman, F.M., El-Kashoury, E.A., Dathy, M.M., Gonaid, M.H. (1994). Flavour Fragr. J., 9,29–33) ont pu identifier au moyen de la GCMS, 43 et 37 composés dans l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des feuilles fraîches de Rosmarinus officinalis collectées dans les régions de Sinaï et Guiza (Egypte).
- Tamimi R-M., Lagion P., Adami H-O., et Trichopoulos D. (2002): Prospects of chemoprevention of cancer. *Journal of Internationl Medicine*. 215: 286-300.
- ➤ Thoresen, M.A., Hildebrand, K.S. (2003).Quantitative determination of phenolic diterpenes in rosemary extract. Aspect of accurate quantification .J. Chromatogr. A, 119-125).
- **Tomei, P. E., Cioni, P. L., Flamini, G., Stefani, A.** (1999). J. Essent. Oil Res., 7, 279–282.
- Tsai P., Tsai T., Ho S. (2007), *in vitro* inhibitory effects of rosemary extracts on growth and glucosyltransferase activity of *Streptococcus sobrinus*. *Food Chem*. (in press).in vitro inhibitory effects of rosmary extact and BHA/BHT for relative antioxidant effectiveness in pork sausage. Meat science.69: 289-296).
- ➤ Valko M., Rhodes CJ., Moncola J., Izakovic M & Mazur M. (2006): Free radicals, metalsand antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-Biological Interactions*, 160:1–40.

- ➤ Verolet J-F., Raffin R., Jagu L. et Berry D. (2001). Tomate sous grand tunnel froid, Fiche technique, 9p.
- Viticulture Morphologie et anatomie de la vigne, École du vin Muscadelle, www.ecole-muscadelle.fr muscadelle24@orange.fr.
- Viuda-Martos, M., Ruíz-Navajas, Y., Fernández-López, J., Pérez-Álvarez, J.A. (2007). Chemical Composition of the Essential Oils Obtained from Some Spices Widely Used in Mediterranean Region . Acta . Chim. Slov., 54, 921–926.
- **Vuorela S. (2005):** Analysis, isolation, and bioactivities of rapeseed phenolics. Helsinki.
- ➤ Wang W., Wu N., Zu Y.G. and Fu Y.J. (2008): Antioxidative activity of *Rosmarinus* officinalis L. essential oil compared to its main components. Food Chemistry 108: 1019-1022.
- Waterhouse A.L., &Lamuela-Raventos R.M. (1994): The occurrence of piceid, a stilbene glucoside in grapeberries. Phytochemistry, 37, 571-573.
- **Wenkert.** (1965). J. Org. Chem., 30, 2931).
- ➤ Xiao, C., Dai, H., Liu, H., Wang, Y., Tang, H. (2008). Revealing the Metabonomic Variation of Rosemary Extracts Using NMR Spectroscopy and Multivariate Data Analysis. J Agric Food Chem, 9).
- **XiuzhenH.,Tao S.,HongxiangL.(2007)**: Dietary Polyphenols and Their Biological Significance. International Journal of Molecular Sciences, 8: 950-988.
- **Zou, Z.W., Xu, L.N., Tian, J.Y.** (1993). Antithrombotic and antiplatelet effects of rosmarinic acid, a water-soluble component isolated from radix Salviae miltiorrhizae (danshen). Yao Xue Xue Bao., 28,241-5. Chinese.
- http://alger-roi.fr/Alger/agriculture-algerienne/textes/vigne-oflac.htm.
- http://fr.wikipedia.org/wiki/vitis-vinifera.
- https://link.springer.com/article/10.1007/s10298 -005-0096-8.
- http://www.lycee-buffon.fr/images/pdf/Expose-svt-formation-de-la-tomate.pdf
- (http://docnum.univ-lorraine.fr/public/DDOC T 2015 0183 M HIRI.pdf).
- Technologie Génie Chimique (ANGLARET KAZMIERCZAK) Tomes 1 (schémas de filtre notamment) et 3 Techniques de l'ingénieur: articles relatifs à la filtration
- https://eduscol.education.fr/rnchimie/gen_chim/triboulet/rtf/filtration.pdf
- https://wiki.scienceamusante.net/index.php?title=%C3%89vaporateur
- https://fr.wikipedia.org/wiki/R%C3% A9fractom%C3% A9trie.
- (https://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9thanol).
- http://www.jnsciences.org).

Tableau A.1: Principales classes des composés phénoliques (Benkhedimalleh et Kismoun, 2014).

Squelette carboné	Classe	Exemple	Formule	Origine
C6	Phénols simples	Hydroquinone	но — Он	Busserole
C6-C1	Acides hydroxybenzoïques	acide p-hydroxybenzoïque	но-Фон	Epices, fraises
C6-C3	Acides hydroxycinnamiques	acide p-coumarique	но — Он	Tomates, aïl
00 00	Coumarines	Ombelliférone	но	Carottes, coriandre
C6-C4	Juglone	OH O	Noix	
C6-C2-C6	Stilbénoïdes	trans-resvératrol	но	Raisin
	Flavonoïdes	Kæmpférol	но он он	Fraises
C6-C3-C6	Daidzéine	но	Graines de soja	
	Anthocyanes	Delphinidol	но таков он он	Raisin Cabernet- Sauvignon
(C6-C3) ₂	Lignanes	Entérodiol	HD OH OH	Bactéries intestinales
(C6-C3) n	<u>Lignines</u>			Bois, fruits à noyaux
(C6-C3-C6)	Tanins condensés	Procyanidol		Raisins, kaki

Présentation de l'unité

A2.1. Historique

En 1984, le Groupe Ben Amor nait à partir d'une petite unité de transformation de concentré de tomates, la Conserverie Amor Ben amor (CAB). Deux décennies plus tard, le chemin parcouru devint considérable. La filiale CAB est devenue le leader Algérien tant en capacité de production (réception de 7 600 tonnes/jour pour produire 1 500 tonnes/jour) qu'en parts de marché (50 %). Ses produits, conserves de tomates, harissa et confitures, sont largement adoptés par les consommateurs Algériens.

La production totale de la Conserverie Amor Benamor a été multipliée par plus de 20 entre 1986 et 2011 passant de 3 000 à 67 000 tonnes. Elle est assurée par quatre unités situées à: Bouati Mahmoud et El Fedjoudj (wilaya de Guelma), Boumaiza (wilaya de Skikda) et Khobana (wilaya de Msila).

Le Groupe Benamor est situé à l'est de l'Algérie dans la wilaya de Guelma il emploie actuellement plus de 60 000 travailleurs, des deux grandes sociétés qui le composent, à savoir:

- Les moulins Amor Benamor, qui ont eu, pour activité principale la transformation du blé dur en dives type de semoules, les pâtes alimentaires et couscous
- La conserverie Amor Benamor (CAB). Krimi S et al., 2014.

A2.2. Situation géographique

La conserverie Benamor se trouve à 36° 27'57"N latitude et 7° 26'2"E longitude dans la région Nord-est Algérien, précisément à El- Fedjouj dans la willaya de Guelma, limité au Nord-est par la willaya d'Annaba Nord-ouest par la willaya de Skikda et au Sud-est par la willaya de Souk-Ahras. **Krimi S et al., 2014.**



Figure A2.1 : Emplacement de la conserverie de tomate. Krimi S et al., 2014.

A.2.3. Produits de l'unité (CAB)

Tomates

La production de concentré et double concentré de tomates en conserve est le fer de la lance de la conserverie AMOR BENAMOR.

Harissa

Elle est produite à partir de purée de piment rouge cultivé localement.

• Confitures de fruits

S'approvisionnant auprès de fournisseurs locaux, la conserverie produit de la confiture d'abricot, la confiture d'orange, la confiture de pêche et la confiture de pomme (**Abdaoui M et al., 2016**).

Le développement récent du complexe BEN AMOR ainsi que la volonté de ses dirigeants et leur détermination à préserver, voire améliorer la qualité de leurs produits ont incité ce groupe à mettre en place toute une structure pour une distribution plus efficace et importante de leurs marchandises avec les principaux points de vente suivant : Alger,

Annaba, Tizi Ouzou, Sétif, Constantine, Bejaia, Oran, Tlemcen, El oued et Djelfa. La conserverie Amor Ben amor est constituée d'un nombre de services entre autres le traitement et le recyclage d'eau, le laboratoire. L'approvisionnement est assuré par:

- Les boites sont fabriquées à Skikda, Oran, Alger et à la Tunisie.
- Les sacs aseptiques sont italiens.
- Le gasoil fourni par SONELGAZ.
- L'eau est celle d'une rivière à quelques kilomètres de l'usine.
- De la soude caustique, acide citrique, pectine, futs et sacs sont importés de France, d'Angleterre et des USA
- Les cartons sont fabriqués par TONIC Alger. Krimi S et al., 2014.

Annexe A3 Spectroscopie UV-visible

A3.1. Principe

Interactions entre les rayonnements électromagnétiques et les électrons des orbitales moléculaires, et plus spécifiquement les électrons π et les paires libres.

On appelle « chromophore » les groupes fonctionnels insaturés porteurs de tels électrons.

Les longueurs d'onde étant plus faibles qu'en IR, donc les photons incidents sont plus énergétiques, les modifications dans les édifices moléculaires vont être plus importantes

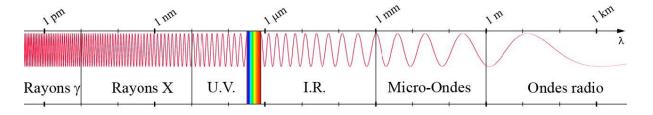


Figure A3.1 : L'absorption moléculaire dans l'UV visible dépend de la structure électronique de la molécule.

Peu d'informations structurales, mais utile pour étudier les structures électroniques des molécules insaturées, et pour mesurer l'étendue de leur insaturation.

- Employée surtout en analyse quantitative, se révèlent très pratiques au niveau des dosages.

A3.2. Allure des spectres UV-visible

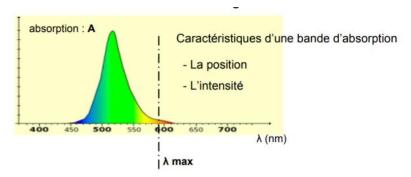


Figure A3.2 : Absorbance en fonction de la longueur d'onde λ .

- * En phase liquide les bandes d'absorption sont larges
- * En phase gazeuse avec un appareil haute résolution les spectres présentent une structure fine de raies. Les spectres UV-visibles sont continus et constitués de bandes larges présentent un ou plusieurs maximum(s) d'absorbance, auquel correspond une longueur d'onde notée λ max, caractéristique d'un certain motif de délocalisation des électrons.

La spectrophotométrie UV- visible est largement appliquée à l'analyse quantitative.

L'absorbance UV-vis, dans certaines conditions, est fonction de la concentration suivant la loi de Beer-Lambert :

Loi de Beer – Lambert :
$$A = log (Io / I) = \epsilon . l. c$$

$$Transmission: T = I/I_0$$

$$Absorbance: A = log_{10} 1/T = log I_0/I$$

ε: est le coefficient d'extinction à une longueur d'onde donnée, pour une famille de composés donnée.

l est le trajet optique.

C est la concentration de la solution étudiée.

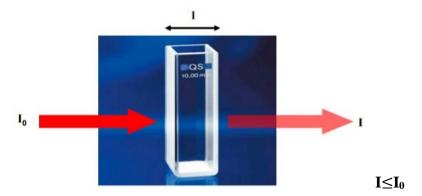


Figure A3.2: Cuve contenant l'échantillon à tester.

Quand une onde électromagnétique est absorbée par un échantillon, l'intensité de l'onde absorbée est proportionnelle à l'épaisseur de l'échantillon, au nombre de molécules absorbantes par unité de volume et à un coefficient propre à l'échantillon de matière.

Présentation de l'HPLC

A4.1. La chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP)

La chromatographie est une technique de séparation analytique et/ou préparatrice de molécules présentes dans un mélange. Cela permet d'adapter les méthodes chromatographiques usuelles.

https://fr.wikipedia.org/wiki/Chromatographie_en_phase_liquide_%C3%A0_haute_performance



Figure A4.1 : Un chromatographe en phase liquide à haute performance moderne (agilent 1260 infinity).

A4.2. Caractéristiques de HPLC (agilent 1260 infinity)

L'échantillonneur automatique haute performance 1260 Infinity possède une plus grande plage de pression (jusqu'à 600 bars) permettant l'utilisation de la technologie de colonne actuelle (colonnes de petit diamètre sub-2-microniques) avec le Binary LC Agilent 1260 Infinity.

A4.3. Principe de la HPLC

Les composés à séparer (solutés) sont mis en solution d'abord, puis elle sera introduite dans la phase mobile liquide (éluant). Grâce à la répartition sélective des solutés entre la phase mobile et la phase stationnaire, chaque soluté est donc soumis à une force de rétention exercée par la phase stationnaire, et une force de mobilité due à la phase mobile. Suivant la nature des molécules, elles interagissent plus ou moins avec la phase stationnaire dans un tube appelé colonne chromatographique.

La phase mobile, poussée par une pompe sous forte pression, parcourt le système chromatographique. Le mélange à analyser est injecté puis transporté à travers le système chromatographique. Les composés en solution se répartissent alors suivant leur affinité entre la phase mobile et la phase stationnaire. En sortie de colonne, grâce à un détecteur approprié, les différents solutés sont représentés par des pics. L'ensemble des pics enregistrés est appelé chromatogramme.

Le mécanisme de la séparation chromatographique s'explique par les différences de répartition des molécules des composés d'un mélange entre deux phases non-miscibles: l'une mobile et l'autre stationnaire. Ce principe est traduit par le schéma suivant :

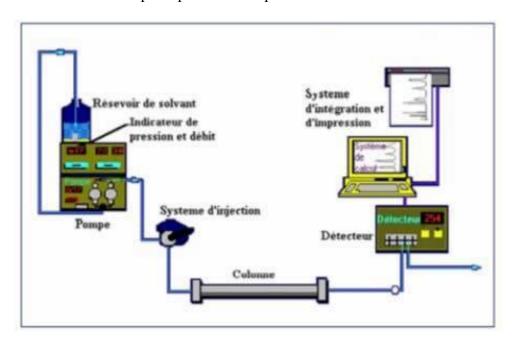


Figure A4.2 : Principe de fonctionnement d'une chaine HPLC.

A4.4. Appareillage

Les différentes composantes d'une chaine HPLC sont présentées sur le schéma suivant. Tous les organes du système sont liés à un micro-ordinateur qui pilote tous les processus.

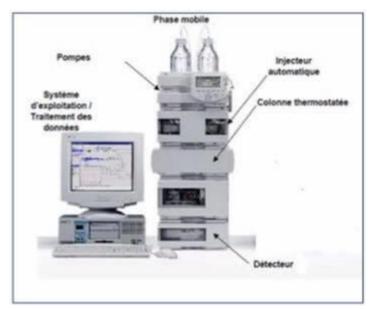


Figure A4.3: Les organes d'une chaine HPLC.

L'appareillage se compose d'un réservoir contenant la phase mobile, d'un système de pompage, d'un injecteur, d'une colonne chromatographique (éventuellement thermostatée), d'un détecteur et d'un système d'acquisition des données (avec un logiciel pour traiter les signaux).

a. Le réservoir de la phase mobile

Il contient la phase mobile en quantité suffisante. Plusieurs flacons d'éluant (solvant de polarités différentes) sont disponibles pour pouvoir réaliser des gradients d'élution (mélange de plusieurs solvants à des concentrations variables) à l'aide de la pompe qui réalise le mélange demandé (J.Dgraeve, F.Berthou, Méthodes chromatographiques, 2éme édition, (1986), p392).

b. La pompe

Elle doit fournir la phase mobile à un débit constant à une certaine pression pour atteindre la colonne. Elle permet de travailler soit :

- En mode isocratique, c'est à dire avec 100% d'un même éluant tout au long de l'analyse.
- En mode gradient, c'est à dire avec une variation des constituants du mélange d'éluant.

Les pompes actuelles ont un débit variable de quelques μL à plusieurs mL/min. La pression à imposer dépend des facteurs suivants :

- débit de la phase mobile.
- viscosité du modificateur organique.
- taille des grains de la phase stationnaire.
- géométrie de la colonne.

c. L'injecteur

L'injection de l'échantillon se fait de deux manières :

- ✓ Manuelle : l'injecteur comporte une vanne à plusieurs voies montée sur le parcours de la phase mobile, juste avant la colonne. L'échantillon à analyser est introduit avec une microseringue dans un petit volume tubulaire appelé boucle ; l'échantillon est ainsi inséré avec un flux de phase mobile.
- Automatique : l'injection se fait automatiquement, l'injecteur utilisé comporte une vanne à boucle d'échantillonnage d'une capacité fixe, cette boucle permet d'introduire l'échantillon sans modifier la pression dans la colonne.

d. La colonne

La colonne est l'élément majeur de la chaîne HPLC. Le choix d'une colonne HPLC est lié aux paramètres suivants :

- ✓ Type de la phase stationnaire
- ✓ Longueur
- ✓ Diamètre des particules (dp)
- ✓ Débit de la phase mobile supportable

En chromatographie liquide à haute performance de phase inversée, la phase stationnaire est apolaire et la phase mobile modérément polaire, l'efficacité de remplissage est fortement affectée par la qualité du gel de silice de la phase stationnaire. On peut utiliser une colonne de type C18, qui a plusieurs avantages et est fréquemment utilisée pour les analyses des produits pharmaceutiques par HPLC. La Phase stationnaire apolaire, est formée d'un gel de silice dans lequel on a greffé des fonctions chimiques le plus souvent de chaines alkyles à 18 atomes de

carbone, hydrophobes. La phase stationnaire est maintenue entre deux disques frittés, on distingue deux types de phase stationnaire :

- La phase stationnaire normale
- La phase stationnaire inversée

e. Le détecteur

Le détecteur est relié à la sortie de la colonne. Les solutés en sortie de la colonne chromatographique sont en solution très diluée dans une phase éluant dont la nature et la composition varient d'une analyse à l'autre, de ce fait un détecteur est nécessaire puisqu'il permet de suivre en continu la séparation et de mesurer la concentration des solutés. Le choix d'un détecteur dépend à la fois des caractéristiques physiques des composés à séparer et des conditions opératoires. Le détecteur suit l'apparition des analytes. Le signal obtenu est enregistré en fonction du temps. Il existe différents types de détecteurs :

- ✓ Détecteur UV-visible
- ✓ Réfractomètre
- ✓ Détecteur à fluorescence
- ✓ Détecteur à barrette de diodes (DAD)

f. L'enregistreur

L'enregistreur reçoit un signal électrique proportionnel à la concentration de l'analyte qui traverse le détecteur. Ce signal est traité, amplifié puis utilisé pour tracer le chromatogramme. Pour qu'un pic soit exploitable, on considère généralement que le rapport signal / bruit doit être au moins de trois. Le bruit se traduit par des oscillations plus ou moins marquées autour de la ligne de base, ce bruit de fond aléatoire provient de diverses causes :

- la variation de température
- de la pression
- l'instabilité électronique Par ailleurs on doit avoir une ligne de base aussi proche que possible de l'horizontale.

Normes requises de la tomate conserve

Paramètre	Produits					
Brix	Zahra 1/2 et 4/4	DCT 4/4	DCT 1/2	CT 4/4	CT 1/2	
	28,00 - 28,25	28,0 - 28,25	28,0 - 28,25	22,00 - 22,25	22,00 - 22,25	
pH	4,05 - 4,40	4,05-4,40	4,05 - 4,40	4,0 - 4,40	4,05 - 4,40	
a/b	2,00 - 2,05	2,00 -2,10	2,00 - 2,05	1,85 - 1,95	1,90 - 1,95	
L	23,50 - 25,0	23,50 - 25,00	23,50 - 25,00	23,50 - 24,00	23,50 - 24,00	
BW	6,0 - 8,5	6,0 -8,5	6,0 - 8,5	6,0 - 8,5	6,0-8,5	
Acidité	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	
Température	4/4			Max 50°c		
De centre	1/2			Max 45° c		
Les tolérances de poids * Boite ½: 400 gr ± 3g * Boite 4/4: 800gr ± 4g			Fedjoudj wileye Guelma 72 Faz (723) 37 13 63 58		Labo IOUCHE LEIA TOTAL LEIA ABO RATOIR Controle Bunitt a El-Fudjoud) De	