

کلیة العلوم و التقنیات فاس +οΨΣ⊔οΙ + ΓοΘΟοΙΣΙ Λ +ΟΙΣΧΣ+ΣΙ Faculté des Sciences et Techniques de Fès



جامعة سيدي محمد بن عبد الله +οΟΛοΠΣ+ ΟΣΛΣ ΕΒΛΕΓοΛ ΘΙ ΗΘΛΒΙ Université Sidi Mohamed Ben Abdel

Projet de Fin d'Etudes

<u>Licence Sciences & Techniques</u> <u>Biotechnologie et Valorisation des Phyto-</u> <u>Ressources</u>

Titre:

Etude de la qualité physico-chimique et microbiologique des confitures d'agrumes fabriquées traditionnellement par des coopératives de la région de l'oriental

<u>Présenté par</u> : LAKRAA Asmae

Encadré par :

> - Mme MIKOU Karima

> - Mme HOUMY Nadia

Soutenu le : 06/06/2021

Devant le jury composé de :

Mme MIKOU Karima: FST FES

Mme HOUMY Nadia : INRA Oujda

Mr. RACHIQ Saad : FST FES

Année universitaire 2020/2021

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu le tout puissant qui m'a donné la volonté et la patience pour mener à bien mon modeste travail.

Mes remerciements s'adressent en deuxième lieu à la direction d'INRA qui m'a donné l'opportunité de passer un stage de projet fin d'étude au sein de son honorable établissement.

Mes plus chaleureux et sincères remerciement s'adressent à mon professeur et encadrant Mme. MIKOU Karima pour ses qualités pédagogiques, sa vision scientifique, sa disponibilité, ses précieux conseils, et ses remarques qui m'ont guidée dans l'élaboration de ce travail.

Je tiens à exprimer également ma reconnaissance à mon encadrante Mme NADIA HOUMY pour son accueil et la confiance qu'elle m'a accordée durant ma période de stage, la qualité de son encadrement durant toute la période de stage.

Finalement, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toute l'équipe pédagogique de la FST FES, et l'ensemble des enseignants du parcours BCG et de la licence BVPR, pour leurs efforts fournis tout au long notre cursus universitaire; et aussi les membres de jury qui me font l'honneur de juger mon travail. Merci infiniment à vous toutes et tous.

Dédicace

Je dédie ce travail:

A ma très chère mère,

A mon très cher père,

Dont le mérite, les sacrifices et les qualités humaines m'ont permis de vivre ce jour.

Pour leurs appuis qui m'ont apportés durant toutes mes années d'études avec tous leurs moyens.

Que dieu vous protège et vous procure longue vie, avec bonheur et santé.

A mes très chers frères;

A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite. Merci pour votre présence, votre amour, votre encouragement.

A mes chers grands-pères;

Merci pour vos prières et bons vœux pour moi et que Dieu prolonge votre vie.

A tous mes amis et camarades de promotion ;

A toute la famille SADIKI;

A tous ceux qui ont confiance en moi;

Que dieu vous protège et vous réalise tous vos rêves.

Liste des abréviations

• Ac.Caff : Acide caféique

• AlCl3: trichlorure d'aluminium

• CF : Coliforme fécaux

• CT : Coliforme totaux

• D.O: Densité optique

• DPPH: 2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle

• DRAO : Direction régionale de l'agriculture de l'oriental

• EAC : Equivalent d'acide caféique

• EQ : Equivalent de quercétine

• FAO: L'Organisation pour l'alimentation et l'agriculture

• FMAT : Flore Mésophile Aérobie Totale

• PCA : Plate Count Agar

• PDA: Potato dextrose agar

• pH : Potentiel hydrogène

• RPM : Rotation par minute

• TE%: Taux d'humidité

• UFC : Unités formant colonies

• VRBL : Cristal violet et au rouge neutre

Liste des figures

Figure 1 : Schéma de la fleur des agrumes (Spiegel-Roy et Goldschmidt, 1996)11
Figure 2 : Caractéristiques morphologiques d'un Citrus (Swingle and Reece, 1967)12
Figure 3 : Photographies des échantillons utilisés
Figure 4 : Courbe d'étalonnage de polyphénols totaux
Figure 5 : Courbe d'étalonnage pour la quantification des flavonoïdes38
Liste des tableaux
Tableau 1 : Composition chimique des agrumes pour 100g de matière comestible (Feinberg et al. 1991 in Bounouala, 2001). 14
Tableau 2 : Préparation des dilutions de l'acide caféique pour la réalisation du courbe étalonnage des polyphénols totaux
Tableau 3 : Préparation des dilutions de Quercétine pour la réalisation du courbe étalonnage des Flavonoïdes. 26
Tableau 4: Résultats d'analyses physico-chimiques (Brix ; taux de cendre ; pH ; taux d'humidité et matière sèche) des confitures à base d'agrumes
Tableau 5: Résultats de dosage des polyphénols et flavonoïdes et l'activité antioxydant
Tableau 6 : Résultats de l'activité antioxydant. 32
Tableau 7: Résultats des analyses des FMAT; Coliforme fécaux et totaux; champignons
Tableau 8: masse équivalent glucose (mg) correspondant au volume de titration par le
Permanganate de potassium

Sommaire

Liste des abréviations Liste des figures Liste des tableaux

Introduc	tion1
I. Partic	e: Synthèse bibliographique4
1. Gén	éralités sur les Agrumes :4
1.1	Origines et Histoires des Agrumes4
1.2	Classification4
1.3	Description botanique5
1.4	Valeur nutritive des Agrumes6
2. Val	orisation des agrumes
2.1	Produits valorisés à base d'agrumes8
2.	1.1 Les Huiles essentielles :
2.	1.2 Les Pectines et Fibres :
2.	1.3 Les Aliments pour les bétails :
2.	1.4 Les confitures :
3. Les	s procédés de fabrication des confitures (au sein des coopératives) 10
3.1	Réception de la matière primaire :10
3.2	Lavage10
3.3	Cuisson10
3.4	Additifs et Ingrédients11
3.5	Conditionnement et Emballage11
	Analyse physico-chimique et microbiologique: contrôle de la qualité des es artisanales des coopératives11
3.	6.1 Les analyses microbiologiques11
3.	6.2 Les analyses physico-chimiques12
II. Parti	e : Matériel et méthodes14
1. Mat	tériel analysé14
2. Mé	thodes expérimentales14
2.1	Les analyses physico-chimiques14
2	.1.1 Brix14
2	.1.2 pH14
2	.1.3 Acidité titrable15
2	.1.4 Dosage des sucres totaux (la méthode de Bertrand)15

2.1.5 Dosages des polyphénols (la méthode de Folin Ciocalteu)16
2.1.6 Dosages des flavonoïdes18
2.1.7 Activité antioxydante (la méthode DPPH)18
2.1.8 Taux de cendre (la méthode AOAC)19
2.1.9 Taux d'humidité20
2.2 Les analyses microbiologiques20
2.2.1 Les FMATs21
2.2.2 Les coliformes totaux et fécaux21
2.2.3 Les champignons21
III. Résultats et discussion22
1. Résultats des analyses physico-chimiques22
1.1 Le degré de Brix :22
1.2 pH:22
1.3 L'acidité titrable :22
1.4 Le taux de sucre :22
1.5 Le taux de cendre :22
1.6 Les teneurs en matière sèche :23
1.7 Les teneurs en polyphénols :24
1.8 les teneurs en flavonoïdes :24
1.9 L'activité antioxydante :24
2. Résultats des analyses microbiologiques25
Conclusion
Références
Annexes30

Introduction

L'agrumiculture a une grande importance économique en tant que produit d'exportation et en tant que source d'emploi et d'activité économique dans de nombreux pays, aussi bien dans le secteur agricole que dans diverses branches auxiliaires (Ferhat et al., 2010), la production moyenne mondiale d'agrumes s'élève à plus de 110 millions de tonnes par an (Yara France 2019). La production nationale au Maroc est estimée à 2,4 millions tonne par an (Maroc Citrus 2020). Pour la région orientale du Maroc et selon la DRAO, la production des agrumes au titre de la campagne agricole 2020-2021, au niveau de la zone irriguée de la Moulouya est estimée à 415.240 tonnes.

Les agrumes sont soit consommés à l'état brute, soit transformés en produit alimentaires (Confitures, Jus, ...), cosmétiques, etc...,. Il est difficile de plus en plus pour les producteurs de vendre certains fruits à un prix convenable, la valorisation des quantités invendus de ces fruits en les transformant en confiture pouvait représenter une réelle opportunité économique et sociale, durable et adaptée à un marché local (**Bernard**, **2010**), et les coopératives sont l'un des importantes industries de transformation qui servent à valoriser la surproduction des fruits.

La confiture est considérée comme un premier effort pour conserver les fruits. Elle est obtenue par cuisson des fruits avec des sucres et d'autres ingrédients (**Sophie et Sabulard**, **2012**).

Dans cette étude nous avons traité quatre échantillons des confitures récupérés à partir de quatre coopératives de la région orientale, dont les agrumes sont les principaux ingrédients du à leur abondance dans cette région. Ce travail est divisé en deux principales parties : premièrement une synthèse bibliographique comportant trois chapitres: le premier chapitre concerne une vue générale sur les agrumes. Le second chapitre concernant la valorisation des agrumes. Le dernier chapitre sera consacré aux procédés de fabrication de la confiture et les analyses appliquées pour caractériser sa qualité. La deuxième partie de ce travail consiste en une étude expérimentale qui a pour objectif de contrôler et traiter la qualité de ces échantillons de confiture et l'indices d'hygiène par :

- L'étude des paramètres physico-chimiques des confitures à base des agrumes fabriqués dans des petites coopératives traditionnelles.
- Application des analyse microbiologique (les FMATs; Les coliformes totaux et fécaux; Les champignons) pour la détermination du niveau d'hygiène dans les procédés artisanaux de la fabrication des confitures.

Présentation de l'organisme

L'institut National de la Recherche Agronomique (INRA) est d'une institution public de recherche agricole, sous la tutelle du Ministère marocain de l'agriculture et de la pêche maritime. Il date de 1914, où furent officiellement créés les premiers services de recherche agronomique. Il a connu dernièrement une réorganisation structurelle visant la modernisation de son processus de gestion. Il comprend des laboratoires de recherche et des domaines expérimentaux répartir dans tout le royaume, dont le jardin d'essai botanique de RABAT. Ses recherches concernent trois domaines fortement imbriqués, l'alimentation, l'agriculture et l'environnement, avec l'ambition de développer une agriculture à la fois compétitive, respectueuse de l'environnement, des territoires et des ressources naturelles, et mieux adaptée aux besoins nutritionnels de l'homme ainsi qu'aux nouvelles utilisations des produits agricoles. L'institut est doté de 10 centres régionaux (CRRA) et notre stage de fin d'étude a été effectué au sein du centre régional de la Recherche Agronomique d'Oujda (CRRAO).

Plusieurs structures au (CRRAO), à savoir : le siège du centre régional, le domaine Bouareg et les laboratoires de l'INRA au Qualipôle de Berkane. Ces derniers sont composés de 3 laboratoires, qui sont : le laboratoire de science du sol et l'eau, laboratoire de phytiatrie de protection des plantes et le laboratoire de Technologie Alimentaire et Qualité Où notre stage a été réalisé.

Synthèse bibliographique

4 Généralités sur les Agrumes

I. Partie : Synthèse bibliographique

1. Généralités sur les Agrumes :

1.1 Origines et Histoires des Agrumes

"Citrus", communément appelé agrumes, est originaire d'Asie. Alexandre le Grand les a

introduits dans le bassin méditerranéen. C'est pourquoi ils sont également nommés Hesperid,

qui vient du grec Esperos "le jardin où l'on trouve des fruits juteux". Plus tard, les agrumes

ont été introduits sur la côte et en Afrique grâce au commerce sécurisé par le calife arabo-

musulman. Après que Christophe Colomb ait découvert l'Amérique les Européens ont

introduit les agrumes en Amérique (Ferhat et al., 2010).

1.2 Classification

Le groupe des agrumes appartient à la famille des **Rutaceae**, sous famille des **Aurantioideae**,

tribu des Citreae et sous tribu des Citrinae (Barboni, 2006).

D'après Praloran (1971), la position taxonomique des agrumes est indiquée comme suit :

Règne: Végétal

Embranchement: Angiospermes

Classe: Eudicotes

Sous classe: Archichlomydeae

Ordre: Germinale (Rutales)

Famille: Rutaceae

Sous-famille: Aurantioideae

Tribus: Citreae

Sous-tribu: Citrinae

Genre principal: Poncirus, Fortunella, Citrus.

Le genre *Citrus* est le plus important avec 145 espèces dénombrées, les principales espèces

cultivées, les plus réparties et les plus consommables dans le monde sont :

Les oranges : Citrus sinensis ;

Les mandarines : Citrus reticulata ;

Les clémentines : Citrus clementina ;

Les citrons : Citrus limon ;

Les pomelos : Citrus paradis.

1.3 Description botanique

Feuilles persistantes, simples, pétiolées dentées ou crénelées, ponctuées de nombreuses poches à essence translucides devant une source de lumière (**Lieutaghi, 2004**).

<u>Les inflorescences</u> des plantes de citrus sont des cymes feuillées présentant tous les intermédiaires entre la fleur isolée et la pousse ou chaque feuille à une fleur

<u>Les fleurs</u> épanouies pendant une grande partie de l'année, très parfumées, sont composées de 3 à 5 sépales verts, de 4 à 8 pétales blancs ou lavés de rougeâtre contenant eux-mêmes des glandes à essence, de 20 à 40 étamines à filets soudés entre eux par groupes, d'un ovaire à 6-14 loges surmonté par un style (**Lieutaghi, 2004**).

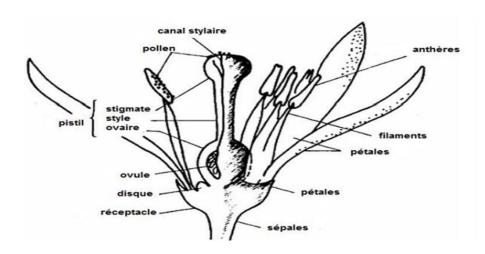


Figure 1: Schéma de la fleur des agrumes (Spiegel-Roy et Goldschmidt, 1996).

Les fruits :

Les fruits des principales espèces du genre Citrus sont charnus à pépins, ils diffèrent par leur coloration, leur forme, leur calibre, la composition de leur jus et leur époque de maturité. Cependant, tous les fruits des Citrus cultivés présentent la même structure anatomique.

On distingue les différentes parties :

- *L'écorce : constitue la partie non comestible du fruit. Elle est formée du <u>mésocarpe</u> externe et interne et de <u>l'épicarpe</u>. À maturité du fruit, c'est l'épicarpe qui se colore en orangé.
- * La pulpe formée par la partie comestible du fruit qu'est <u>l'endocarpe</u>. Elle est constituée par un ensemble de vésicules ou poils renfermant le jus.

*Les pépins proviennent de la fécondation. Chez le clémentinier, l'absence de pépins est fonction des conditions de la pollinisation. (Barboni, 2006).

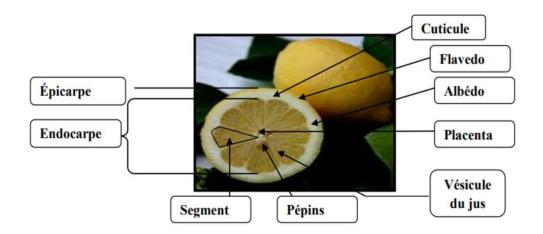


Figure 2: Caractéristiques morphologiques d'un Citrus (Swingle and Reece, 1967).

Système racinaire et aérien :

Le système racinaire formé par la porte greffe, c'est la partie qui assure à la fois la fixation de l'arbre au sol et son alimentation (Barboni, 2006).

Le système aérien est la partie productive de l'arbre, qui portera le fruit c'est essentiellement constitué par la variété de l'espèce cultivée (oranger, mandarinier, etc...) (Barboni, 2006).

1.4 Valeur nutritive des Agrumes

Les agrumes et leur jus se caractérisent par leurs grandes qualités nutritives, leur richesse en vitamine C et en acide folique ; ils sont également une excellente source de fibres. La teneur en vitamine C (de 40 à 80 mg/100 g, 130mg/100g dans l'écorce) est particulièrement stable, la stabilité de la teneur en vitamine C dans les agrumes est due à leur acidité élevé et leur peau épaisse qui assurent la conservation de vitamine C, et une altération très lente même plusieurs semaines après la récolte.

Les glucides sont aussi des principaux constituants énergétiques des agrumes : saccharose, fructose et glucose. L'équilibre entre la teneur en glucides et la teneur en acides citrique définit la saveur plus ou moins douce des agrumes : la teneur en sucre dissous augmente lorsque la teneur en acide citrique diminue :

*Le citron a un goût très acidulé, sa teneur en acide citrique est 5%.

Généralités sur les Agrumes

*la clémentine moins riche en acide citrique avec un pourcentage de 0,8% et une saveur plus douce.

Les agrumes (oranges, citrons, pamplemousses, clémentines et mandarines) se caractérisent par une chair juteuse et un apport énergétique très modéré (32 kcal/100g pour le citron, 45 kcal/100g en moyenne pour les autres).

On retrouve principalement deux classes de composés phénoliques dans les écorces d'agrumes : les flavonoïdes et les acides phénoliques (M'hiri, 2015).

Les agrumes ne contiennent ni graisses, ni cholestérol. Les protéines ne figurent qu'en quantité très faible (< 1g /100g). Les sels minéraux ne présentent guère plus de 0,4 %, le flavédo représente 9 à 7 % du poids du fruit, donc environs 30% du poids de la peau et contient de 2 à 5 % d'huiles essentielles selon l'état de fraicheur du fruit.

Tableau 1 : Composition chimique des agrumes pour 100g de matière comestible (Feinberg et al. 1991 in Bounouala, 2001)

		Espèces	Espèces						
Constituants	Unité	Mandarines	Oranges	Citrons	Pomélos				
Energie	Kcal	47,00	39,00	32,00	43,00				
Energie	Kj	203,00	165,00	130,00	184,00				
Eau	G	88,00	86,00	89,00	8,900				
Fibres alimentaires	G	1,90	2,00	1,00	0,60				
Glucides disponibles	G	10,60	8,50	8,00	9,80				
Sucres	G	10,60	8,50	8,00	9,80				
Lipides	G	0,30	0,20	0,40	0,20				
Sodium	Mg	2,00	3,00	6,00	1,00				
Magnésium	Mg	11,00	13,00	12,00	10,00				
Phosphore	Mg	20,00	24,00	21,00	16,00				
Potassium	Mg	210,00	200,00	160,00	181,00				
Fer	Mg	0,30	0,40	0,30	0,30				
Carotène	Mg	100,00	50,00	2,00	10,00				
Calcium	Mg	33,00	41,00	30,00	17,00				
Vitamine B6	Mg	0,07	0,06	0,11	0,03				
Vitamine E	Mg	0,22	0,24	0,50	0,30				
Vitamine C	Mg	30,00	50,00	80,00	40,00				

2. Valorisation des agrumes

Le terme valorisation est défini comme le réemploi et le recyclage des matériaux ou d'énergies réutilisables. Chaque procédé de valorisation permet de réaliser des économies de matières premières et contribue de façon directe au respect et à la sauvegarde de l'environnement (**BOUCHERBA**; 2015).

2.1 Produits valorisés à base d'agrumes

2.1.1 Les Huiles essentielles :

Les écorces des agrumes sont très riches en huiles essentielles qui sont situées dans des glandes localisées dans le flavédo. Ces huiles essentielles sont extraites à partir des écorces par une simple pression à froid ou bien simultanément avec l'extraction du jus (Yeoh et al. 2008; Sahraoui et al. 2011). Les huiles essentielles des écorces d'agrumes peuvent aussi être extraites par la distillation à la vapeur ou l'hydro-distillation (Gamarra et al. 2006) et par des solvants organiques (Lin et al. 2010).

2.1.2 Les Pectines et Fibres :

Les écorces d'agrumes sont riches en fibres et surtout en fibres hydrosolubles (pectines). **Bouhadi et al.** (2016) ont montré que les résidus des agrumes contiennent des quantités très importantes de pectines (0,22%-23,02%, Dépond de l'espèce). Les produits et les sousproduits d'agrumes peuvent être considérés comme une importante source de pectines, facteur inductible pour la production d'enzymes pectinolytiques.

2.1.3 Les Aliments pour les bétails :

Les écorces d'agrumes représentent une source appréciable d'aliments pour les bétails même s'ils sont pauvres en protides. Les écorces peuvent être présentées fraîches, ou conservées par dessiccation ou ensilage qui est une méthode de conservation des fourrages par acidification passant par la fermentation lactique anaérobie d'un fourrage humide. Cette méthode a été réalisée avec quelque succès dans une usine marocaine, mais seules les écorces d'orange ont été appréciées pour le bétail (**R. SCHWOB et R. HUET**). Mais ça reste une forme importante de valorisation des déchets des agrumes.

2.1.4 Les confitures :

Les confitures sont une forme de valorisation mais, aussi une technique de conservation par le sucre qui a un rôle de conservateur en réduisant la quantité d'eau libre dans les produits alimentaires. Il a été démontré qu'une teneur en sucre totaux (sucre du fruit et ajouté) de 63 – 65 % assure une bonne conservation du produit. (**Edmond.R, 2010**).

La confiture est un produit résulte de la cuisson d'un mélange à base de fruits et de sucres dans des proportions bien définies qui gélifient sous l'action des pectines. La confiture peut être élaborée à partir de différentes préparations du fruit : Fruits entiers ; Pulpe de fruit ; Purée de fruit ; Extrait aqueux de fruit. (Bouzonville.A., 2004).

Il y a une autre forme qui ressemble à la confiture avec les mêmes ingrédients mais de texture différente:

Les marmelades : Sont des confitures réalisées avec de la purée de fruits sans morceaux, il doit contenir au minimum 20% de fruits. Désormais, on appelle marmelades les confitures à base d'agrumes.

La gelée : confiture suffisamment gélifié, de sucres et du jus et/ou d'extrait aqueux d'une ou de plusieurs espèces de fruits. (Bouzonville.A., 2004).

La composition chimique et la valeur nutritionnelle des confitures

Selon la nature et le type des fruits qui sont employés, la valeur nutritionnelle et la qualité des confitures varie (Sakho., 2009). Les fruits et les sucres sont les principaux constituants de la confiture, ces deux constituants ont un rôle important dans l'alimentation. De point de vue énergétique, 100 grammes de confiture apportent 260 - 285 calories » (Roux, 1994).

- L'eau : les confitures sont pauvres en eau, puisqu'elle est éliminée lors de la cuisson par évaporation. Les confitures contiennent 30 à 40% d'eau.
- Les glucides : la teneur moyenne est de 60% à 70% de glucide. ce sont des glucides simples représentés par le saccharose.
- Les fibres : avec un pourcentage de 1%, la teneur moyenne en fibres des confitures est très faible et presque négligeable de par les quantités recommandées au consommateur.
- Les minéraux : à cause de la dilution provoquée par l'ajout de sucre. La concentration des minéraux (calcium, potassium, magnésium...) est réduite de moitié environ par rapport au fruit de départ.
- Les vitamines : la fragilité de vitamine C entraine sa totale disparition lors de la cuisson. La Bêta-carotène et la vitamine B9 voient aussi leur teneur fortement abaissée du fait du sucre ajouté et de traitement technologique (Fredot E., 2009).

3. Les procédés de fabrication des confitures (au sein des coopératives)

Les coopératives sont des associations autonomes de personnes volontairement réunies pour satisfaire leurs aspirations et besoins économiques. Le secteur agroalimentaire est l'un des secteurs les plus actifs pour les coopératives (les produits laitiers, les couscous, les pâtes, les confiseries et les confitures...), dont le but est de valoriser les produits agroalimentaires.

Nous, on s'intéresse aux confitures et les procédés de fabrication des confitures à base d'agrumes dans les coopératives artisanales de la région orientale du Maroc, qui sont le plus souvent des procédés simples et qui comportent les étapes suivantes :

3.1 Réception de la matière primaire :

Contrairement aux usines, les Coopératives reçoivent des petites quantités des fruits et des sucres avec les autres éléments nécessaires à la fabrication : les bocaux, les boites, les verreries et les étiquettes qui portent le nom et les informations sur la coopérative, (numéro de téléphone, adresse,...) ainsi que l'identification du produit (les fruits utilisés, date de mise en pots,....). Le stock des fruits reçus est contrôlé manuellement pour éliminer les éléments de mauvaise qualité et les produits étrangers restés après la récolte.

3.2 Lavage

Les fruits sont lavés dans des bacs. Ils sont immergés dans de l'eau potable et renouvelée, parfois additionnée d'additif (sel, soude, quelque gouttes d'eau de javel, chlore...) suivi d'une agitation manuelle, afin d'éliminer la terre, les micro-organismes, les traces de traitement phytosanitaire.

3.3 Cuisson

Après épluchage, dénoyautage et découpage les fruits, mélangés avec les sucres passent à la cuisson. La quantité de sucre varie selon les recettes. Quelques ingrédients (pectine, acide citrique) peuvent être rajoutés pour améliorer certaines caractéristiques (texture de la confiture, le gout plus sucré ou plus aigre, etc...).

La cuisson permet d'enlever l'eau excédentaire, de cuire les fruits, de dissoudre le sucre, de libérer les pectines et de pasteuriser le mélange. Cette opération s'effectue dans des marmites inoxydables, plus larges que profondes et à fond épais ceci pour offrir une forte surface d'évaporation et pour réduire les risques de sur-cuisson de la confiture.

3.4 Additifs et Ingrédients

Selon chaque coopérative et chaque recette les ingrédients et les additifs varient.

Pour les coopératives simples ils ajoutent seulement du sucre (Quantité équivalent à la masse des fruits), le plus souvent ils ajoutent du sucre blanc. Mais, ils existent d'autres qui ont développé la recette par l'ajout des additifs qui jouent un rôle très important sur l'amélioration des caractères organoleptiques des confitures, parmi ces additifs on note :

- Les épaississants (pectines E 440) : épaississent les produits pour qu'ils deviennent plus fermes.
- Les acidifiants (acide citrique E 330): rendent les produits plus sûrs, ils enrichissent le goût pour avoir un goût plus frais et parfois augmentent leur durée de conservation.
- Les colorants : Le seul colorant autorisé est (le jus de betteraves rouge E 162). Cependant, celui-ci n'est permis que pour renforcer la coloration des confitures. (Bouzonville.A., 2004).

3.5 Conditionnement et Emballage

Après cuisson, la confiture est conditionnée à chaud (température supérieure à 90°C) dans des bocaux en verre stérilisés et fermés hermétiquement. La dernière étape consiste à la pasteurisation des bocaux de confiture dans un bocal plein d'eau bouillante, chauffée à environ 100 °C. Finalement, les produits sont étiquetés. Les étiquettes contiennent des mentions obligatoires (type de produit, nom de produit, nom et adresse de coopératives, sa composition, date de conditionnement, ...) permettant la traçabilité du produit. (**Edmond.R**, **2010**).

3.6 Analyse physico-chimique et microbiologique: contrôle de la qualité des confitures artisanales des coopératives

Le contrôle de qualité des produits agroalimentaires reposent sur la mise en œuvre d'une combinaison de techniques analytiques qui permettront de vérifier la conformité de produit par rapport à des exigences préétablies en comparant les résultats obtenus avec les normes et les limites autorisés par les autorités.

3.6.1 Les analyses microbiologiques

Les analyses microbiologiques des produits alimentaires sont requissent pour la conformité des produits à la réglementation "hygiène".

Certains micro-organismes ne présentent pas un problème, tandis que d'autres peuvent être nocifs pour la santé humaine, Il doit donc rechercher des contaminations par identification de microorganismes pathogènes et quantification du nombre de colonies, ainsi de rechercher des germes témoins de mauvaises pratiques hygiéniques.

Pour chaque produit, l'autorité a élaboré une liste de micro-organismes avec un taux de présence acceptable. Laboratoire Aqualeha (https://aqualeha.com).

Les analyses d'identification et dénombrement des FMAT, Coliformes totaux et fécaux et les champignons sont les analyses qu'on va les appliquer dans notre partie expérimentales.

3.6.2 Les analyses physico-chimiques

L'analyse physico-chimique fait référence à toutes les actions effectuées en laboratoire ou sur site pour déterminer la valeur d'un échantillon, qu'il s'agisse d'une analyse, d'une mesure, d'une observation. Les analyses de base les plus effectuées dans le domaine des agroalimentaires sont : pH – Brix - Teneur en Eau - Détermination d'indices : acide, base, saponification, iode ; indice de peroxyde - Cendres totales - Dosages de composés chimiques : par IR, UV, HPLC, GC/MS, CPG, CCM - Dosages des polyphénols (Flavonoïdes, Tanins,...) ; etc...

Matériel et méthodes

II. Partie: Matériel et méthodes

1. Matériel analysé

Le matériel utilisé est représenté par 4 échantillons de confitures à base d'agrumes. Ces échantillons sont récupérés le 31/03/2021 à partir de 4 coopératives de la région orientale. Les confitures sont fabriqués à base de (confiture à base de Citron (A); confiture d'orange (B) ; confiture d'orange et raisin sec (C); confiture d'orange et neflier (D)).



Figure 3 : Les échantillons utilisés.

2. Méthodes expérimentales

2.1 Les analyses physico-chimiques

2.1.1 Brix

Principe:

Le degré Brix est déterminé à l'aide d'un réfractomètre. Il représente la teneur en sucres présente dans l'échantillon.

Méthode

La lecture est faite en plaçant une goutte de confiture sur la plaque de charnière de l'instrument, face à la lumière. En régule le réfractomètre à travers l'œil de l'instrument, et la valeur de Brix et l'indice de réfraction sont lus automatiquement dans l'écran de l'appareil.

2.1.2 pH

Principe

Le pH est une mesure quantitative de l'acidité ou de la basicité d'une solution, c'est un paramètre qui permet de mesurer la concentration en ions H+ dans une solution. Il s'agit d'une grandeur sans unité.

Méthode

1g de chaque échantillon est mélangé avec 9 ml d'eau distillée. Le mélange est agité pendant 1min et l'électrode est plongée dans le mélange, la valeur du pH est lue directement sur le pH-mètre.

2.1.3 Acidité titrable

Principe

L'analyse de l'acidité titrable mesure la totalité des ions H+ disponibles dans un produit avec une solution de NaOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur approprié.

Méthode

1g d'échantillon est dilué dans 9ml d'eau distillée puis 3 à 4 gouttes de Phénolphtaléine sont ajoutés. La titration est réalisée avec NaOH à 0.1 mol/L, jusqu'au changement de couleur vers le rose. Le résultat est exprimé en Meq /100 g (confitures)

$$Meq /100 g = EP1 * C01 / C00$$

Où:

C00 = 1[masse d'échantillon en g].

C01 = 10 (facteur de conversion).

EP1 = volume de NaOH.

2.1.4 Dosage des sucres totaux (la méthode de Bertrand)

Principe

Le dosage des glucides totaux se fait selon la méthode de Bertrand, qui se base sur le dosage oxydo-réducteur des sucres. Cette méthode se divise en 2 grandes étapes :

- hydrolyse acide et neutralisation de la totalité de l'hydrolysat,
- dosage des sucres,

Méthode

La méthode de Bertrand se répartie en 4 étapes :

Hydrolyse

On pèse 1g de confiture dans une erlenmeyer avec 100ml d'acide chlorhydrique 1N, et on les a portés à l'hydrolyse pendant 1heure.

Neutralisation

La neutralisation de pH des échantillons est faite par la solution concentrée de NaOH à 1N. Si le pH dépasse 7 on neutralise par l'acide chlorhydrique 1N.

Déproténéisation

On ajoute 5ml de réactif de Carrez I à base de ferrocyanure de potassium à 15% et Carrez II à base d'acétate de zinc à 30% et on ajuste au trait de jauge avec l'eau distillée, et on filtre avec de papier filtre pour obtenir une filtra.

Dosage

On introduit 10 ml de filtra d'échantillon dans un erlenmeyer avec 20ml de Bertrand I (Solution Cuivrique) de Bertrand II (Solution Tatrasodique). Après l'ébullition à 150 C°, l'apparition du précipiter rouge brique.

On lave et on filtre sous vide le précipité rouge, puis le précipité est dissous avec l'oxyde de cuivre (Solution ferrique) 25ml et on titre directement dans l'erlenmeyer avec la solution de permanganate de potassium 0,1N jusqu'à obtenir de la coloration rose.

Expression du résultat

% ST= meg
$$V1\times PE\times 25$$

Meg : Masse équivalente de glucose (mg) correspondant au V2 (KMnO₄ par ml) de titrant. (Voir Annexe)

V1 : Volume prélevé pour le dosage (ml).

PE: La prise d'essai d'échantillon (g).

2.1.5 Dosages des polyphénols (la méthode de Folin Ciocalteu)

Principe

Le dosage de Folin Ciocalteu permet de quantifier globalement les composés phénoliques, L'ensemble des composés phénoliques est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dosage est standardisé par rapport à l'Acide Caféique.

Méthode

Préparation de la solution mère d'acide caféique:

1 mg d'acide caféique dans 1ml de solution méthanol /eau (80/20).

Extraction

Dans un tube à centrifuger, on a ajouté 1 ml d'une solution méthanol/eau (80/20) à 1 g de confiture. Les tubes sont centrifugés pendant 15 min à 3800 rpm. La phase méthanolique est récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 10 ml. L'opération est répétée 2 fois pour assurer l'extraction du maximum des composés phénoliques, et on a complété au trait de la jauge avec la solution méthanol/eau (80/20).

Préparation de la gamme étalon

On prépare la gamme étalon selon le tableau suivant :

Tableau 2 : Préparation des dilutions de l'acide caféique pour la réalisation du courbe étalonnage des polyphénols totaux.

	0	1	2	3	4	5	6	Echantillon
Solution ac.caff (µg/ml)	0	20	40	60	80	100	120	2 ml
H2O (ml)	2	1,960	1,940	1,920	1,900	1,880	1,860	
NaCO3 10 % (ml)	5	5	5	5	5	5	5	5
Folin (ml)	1	1	1	1	1	1	1	1
H2O (ml)	5	5	5	5	5	5	5	5
	· ·	1 heure d	lans l'obsci	ırité	•	•	•	

1 heure dans l'obscurité

Lecture de la DO à 750 nm à travers des cuves en plastiques

Expression du résultat

 $\mathbf{CP} = (\mathbf{CE} \times \mathbf{Volume \ d'extrai}) / \mathbf{PE}$

CP : Concentration des polyphénols

CE: Concentration extrapolée; CE= DO/ pente

PE: Prise d'essai

2.1.6 Dosages des flavonoïdes

Principe (Bahorum et al., 1996):

La méthode du trichlorure d'aluminium (AlCl₃) (**Bahorun et al., 1996**) est utilisée pour quantifier les flavonoïdes dans les extraits des échantillons de confitures.

Méthode

• Préparation de la solution mère de Quercitine :

1 mg de Quercitine dans 1ml de solution méthanol /eau (80/20)

Préparation de la gamme étalon :

Les concentrations de Quercitine sont utilisées pour préparer la gamme étalon selon le tableau suivant :

Tableau 3 : Préparation des dilutions de Quercitine pour la réalisation du courbe étalonnage des Flavonoïdes.

	Blanc	1	2	3	4	5	Echantillon
Solution	0	2,5	5	7,5	10	12,5	1ml
Quercitaine							
(µl)							
H ₂ O (ml)	1	997,5	995	1992,5	990	987,5	
AlCl ₃ 2% (ml)	1	1	1	1	1	1	1
Lecture	de la DO	O à 430 nr	n à trave	ers des cuv	es en p	lastiques	

Expression des résultats

 $\mathbf{CF} = (\mathbf{CE} \times \mathbf{Volume d'extrait}) / \mathbf{PE}$

Avec:

CF: est la concentration des polyphénols,

CE : est la concentration extrapolée : CE= DO/ pente

PE: est la prise d'essai

2.1.7 Activité antioxydante (la méthode DPPH)

Principe

Le radical DPPH est stable à température ordinaire et présente une couleur Violette bien caractéristique. Les antioxydants présents dans l'échantillon le réduisent entraînant une

décoloration facilement mesurable par spectrophotométrie à 517 nm. La méthode est généralement standardisée par rapport à la Quercitine.

Mode opératoire

Dans des tubes à essai on a prélevé 200µl d'extrait des confitures. Un tube blanc contient 200µl de Méthanol/eau, et on a ajouté 4ml de solution DPPH 0,004% sur les échantillons et le blanc, on a agité les tubes au vortex. Les tubes sont placés dans l'obscurité pendant 30min, la lecture de DO avec le Spectrophotomètre avec une longueur d'onde 517nm.

• Expression du résultat

% d'inhibition = $(D0 (Blanc) - DO (echantillon)) / D0 (Blanc) \times 100$

2.1.8 Taux de cendre (la méthode AOAC)

Principe

La détermination de taux de cendre est basée sur la destruction de toute matière organique sous l'effet de température élevée (550 ± 25 °C) pour la détermination de pourcentage de la matière minérale à la fin de l'opération.

Mode opératoire

On a pesé les creusets vides avant d'ajouter 3g de confiture dans ces derniers, on les a mis dans un four à moufle pendant 16h à 550°C, pour garantir que le poids devienne constant (de couleur blanche ou blanc grisâtre), à la sortie du four les creusets sont mis dans un dessiccateur pendant 30 min et on les a pesé à nouveau le poids final.

Expression du résultat

$$MM \% = (M2-M0 / M1-M0) \times 100$$

Où

M 0 : Masse en grammes du creuset vide.

M 1 : Masse en grammes du creuset et de la prise d'essai (échantillon de confitures à base d'agrumes).

M 2 : Masse en grammes du creuset et des cendres obtenues.

2.1.9 Taux d'humidité

Principe

La teneur en humidité a des conséquences sur la durée de conservation, la fonctionnalité et la qualité d'un produit. Il est donc impératif de la déterminer avec précision pour garantir la qualité des produits, donc c'est la détermination de pourcentage d'eau dans l'échantillon.

Méthode

Les tares des boites de pétri sont pesés avant d'ajouter 1g d'échantillon de confiture et on entre les boites semi fermées à l'étuve pendant 24h à 105 C°. Après 24h on sort les boites à l'étuve et on les met dans le dessiccateur pendant 30min, puis on pèse le poids final. Les résultats sont exprimés par la formule suivante :

% d'humidité= $PE-P1 PE \times 100$

Avec:

PE: La prise d'essai (Poids d'échantillon avant l'élimination d'eau)

P1: (P Final – Tare) Poids d'échantillon après l'élimination d'eau

% de la matière sèche = $P1/PE \times 100$

2.2 Les analyses microbiologiques

Ces analyses microbiologiques concernent essentiellement la recherche et le dénombrement de La Flore mésophile aérobie totale, des Coliformes (totaux et fécaux), et des Champignons dans les échantillons de confitures à base d'agrume.

Ces analyses ayant le même protocole et les mêmes conditions d'asepsie.

La méthode de travail est comme suit :

Premièrement ce travail se fait dans une hotte à flux laminaire.

- On a marqué les boites de pétri sur les bords avec les informations suivantes : numéro d'échantillon, le milieu de culture utilisé, température d'incubation et la date.
- On a coulé 10 à 15ml de gélose (PCA, PDA, VRBL) pour le dénombrement dans chaque boite de pétri.
- On les a laissés solidifier.

- On a transféré dans chaque boite de pétri quelques gouttes d'échantillon de confiture pure sans dilution et on les a ensemencés à l'aide d'un ose bouclée.
- L'incubation se fait selon les conditions de température et temps précisé pour chaque espèce.

2.2.1 Les FMATs

La Flore Mésophile Aérobie Totale (FMAT) correspond à des micro-organismes qui se développent à température ambiante. La FMAT est un indicateur important d'hygiène. elle permet d'évaluer la charge bactérienne globale présente dans un aliment ou sur une surface, sa présence témoigne d'un dysfonctionnement dans la fabrication (Mauvaise conservation et fonctionnement des enceintes ; Insuffisance de la désinfection ; etc...).

Le dénombrement des FMAT se fait sur la gélose PCA Incuber à 30°C pendant 72 heures.

2.2.2 Les coliformes totaux et fécaux

Le dénombrement des Coliformes dans les aliments est un test d'hygiène. Pour les Coliformes totaux, ils sont les témoins de mauvaises pratiques de travail et permettent l'évaluation du risque de contamination générale, alors que les Coliformes fécaux sont plus spécifiques de contaminations fécales (mauvais lavage des mains, matières premières,...), ils sont aussi des témoins de mauvaises pratiques lors des préparations.

Les Coliformes totaux et fécaux sont différenciés par leur température d'incubation au laboratoire (30°C pour les coliformes totaux et 44°C pour les coliformes fécaux).

Le dénombrement des coliformes (totaux et fécaux) se fait sur la gélose VRBL (la gélose lactosée au cristal violet et au rouge neutre) pendant 24h.

2.2.3 Les champignons

Le milieu PDA (potato dextrose agar) est utilisé pour la recherche des champignons dans les confitures, la croissance bactérienne était inhibée par l'addition de l'antibiotique streptomycine aux milieux de culture à la concentration de 5 mg/l (Botton et al., 1999).

Le milieu de culture PDA est incubé à 26 °C pendant 72 heures.

III. Résultats et discussion

1. Résultats des analyses physico-chimiques

1.1 Le degré de Brix :

Les valeurs de Brix de l'ensemble des confitures étudiées au tableau 4 sont comprises entre 55 et 68 °Brix. Les normes exigent des teneurs en matières sèches solubles comprises entre 60 à 65% ou plus pour les confitures (CODEX STAN 296-2009). Donc les échantillons C et D sont conformes aux normes, alors que les échantillons A et B ont des valeurs inférieures à celles exigées par les normes CODEX pour les confitures.

1.2 pH:

Les valeurs de pH des échantillons au tableau 4 sont comprises entre **3,3** et **4,2**. La norme imposée du pH se situe dans la plage de 2,8 à 3,5 (**CODEX STAN 79-1981**). Donc les échantillons A et D ont dépassé l'intervalle autorisé, alors que les échantillons B et C sont conformes aux normes.

1.3 L'acidité titrable :

Les échantillons des confitures montrent des acidités comprises entre 0,25 et 0,9g/100g. Garcia-Vigueraet al. (1999), ont rapporté des valeurs comprises entre 0,6 et 1,2 g/100g pour la confiture de fraise, ces valeurs sont supérieures à celles obtenues pour les échantillons C et D, L'acidité de la confiture est due à la présence d'acide citrique dans les agrumes.

1.4 Le taux de sucre :

Les résultats dans le tableau 4 sont enregistrés entre 41,86g/100g et 51,20g/100g. Nos résultats ne concordent pas avec ceux obtenues par Chauhan et al. (2013) et ils sont très inférieures par rapport à leur résultats avec une teneur de 61 g/100g (confiture de noix de coco).

1.5 Le taux de cendre :

On a obtenu des valeurs entre 0,13% et 0,35% comme c'est indiqué au tableau 4. Les valeurs des échantillons C et D ne s'accordent pas avec la teneur moyenne en cendre 0,280% de la confiture d'abricots rapportée par Belitz et al. (2009).

1.6 Les teneurs en matière sèche :

Le tableau 4 montre des teneurs en matière sèche entre 60,12% et 61,37%. Les résultats obtenus donc sont conformes aux normes, qui exigent des teneurs en matières sèches comprise entre 60 à 65% ou plus pour la confiture (CODEX STAN 296-2009). Et pour le taux d'humidité les normes internationales admettent au minimum 35% d'humidité ce qui s'accorde avec les résultats dans le tableau 4 qui sont compris entre 38,63 et 39,88.

Le tableau 4 présente les résultats des analyses physico-chimiques des confitures d'agrumes

Tableau 4 : Résultats d'analyses physico-chimiques (Brix ; taux de cendre ; pH ; taux d'humidité et matière sèche) des confitures à base d'agrumes.

Ech Analyse	A	В	С	D	Les normes
Brix-Tc (T°=24,6C°; °Brix)	55,6	56,1	66,5	68,7	60 à 65% (CODEX STAN 296-2009)
рН	4,20	3,3	3,45	3,98	2,8 à 3,5 (CODEX STAN 79-1981),
Acidité titrable (g/100g)	0,9	5,6	0,45	0,25	
Taux d'humidité	39,88	39,40	38,81	38,63	60 à 65%
Matière sèche (%)	60,12	60,60	61,19	61,37	(CODEX STAN 296-2009).
Taux de cendre (%)	0,26	0,13	0,35	0,23	
Sucre totaux (g/100g)	41,86	44,45	50,07	51,20	

Cette différence dans les valeurs des paramètres analysés peut être due aux fruits utilisés dans chaque cas. En effet, la confiture **A** est préparée à partir des citrons, la confiture **B** à partir des oranges d'orange, la confiture **C** provient d'un mélange composé d'orange et de raisin sec et la confiture **D** est issue d'un mélange d'orange et de nèfle. La différence peut être également attribuée aux procédés de fabrications adoptées pour chaque coopérative, les différents échantillons testés proviennent de 4 coopératives différentes.

1.7 Les teneurs en polyphénols :

Les échantillons de la confiture ont des concentrations des polyphénols compris entre **69** et **116,11 mg équivalent d'acide caféique**, ces valeurs sont très importantes par rapport à celles obtenues par **Rababah et al. (2011)** qui a enregistré une teneur de 44 mg EAG/100 g de confiture d'orange.

1.8 les teneurs en flavonoïdes :

Les analyses montrent des concentrations comprises entre 3,02 et 8, 86 mg équivalent de quercétine/100g de confiture. Ces teneurs sont très inférieures à celles rapportées dans la littérature. Igual et al. (2013) ont enregistré des teneurs comprises entre 120 et 141 mg EQ/100g de confiture de pamplemousse.

Le tableau 5 présente les résultats de dosage des polyphénols et flavonoïdes des confitures d'agrumes.

Ech	A	В	С	
Analyses				Les normes
Concentration des polyphénols				
(mg EAC/100g)	112,41	69,55	116,11	Rababah et al. (2011)
Concentration des flavonoïdes				
(mg EQ/100g)	7,66	3,02	8,86	Igual et al. (2013)

Tableau 5 : Les teneurs en polyphénols et flavonoïdes

1.9 L'activité antioxydante :

La mise en évidence de l'activité antioxydante par la méthode DPPH a montré que c'est l'échantillon C qui a le pouvoir antioxydante le plus important, cela concorde avec la concentration élevée des polyphénols dans le même échantillon, ce qui nous permet de conclure l'importance de la capacité antioxydante des polyphénols.

Le tableau 6 présente les résultats de la détermination de l'activité antioxydante des confitures d'agrumes.

Tableau 6 : Résultats de l'activité antioxydante.

Ech			
Analyse	A	В	C
L'activité antioxydante (%)	11,41	10,88	14,38

2. Résultats des analyses microbiologiques

• On observe pour les tests microbiologiques réalisés que les résultats sont tous négatifs ainsi que l'absence totale de toute infection, ce qui conforme aux normes de NF ISO 7954/88 et celles établies par le JORA (2017). On peut expliquer ces résultats par plusieurs facteurs dont le plus important, la pasteurisation qu'est parmi les importants procédés de fabrication des confitures, en plus le facteur d'acidité puisqu'on a des confitures à base d'agrumes, sans oublier la concentration des sucres qui joue aussi un rôle important.

Le tableau 7 présente les résultats des analyses microbiologiques des confitures d'agrumes

Tableau 7 : Résultats des analyses des FMAT ; Coliforme fécaux et totaux ; champignons

Analyse Ech	A	В	С	D	Les normes
					< 10 ⁵
FMAT (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	(JORA, 2017)
Coliforme (UFC/g)					Absence
fécaux et totaux	Absence	Absence	Absence	Absence	(JORA, 2017)
Champignon					< 10 ³
(UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	NF ISO 7954/88

Conclusion

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées ont montré qu'aucune confiture ne présentait tous les paramètres conformes aux normes CODEX pour les confitures, ce qui signifie que la qualité de ces échantillons n'est pas très satisfaisante et des améliorations dans le processus de fabrication doivent être envisagées. Par contre sur le plan microbiologique les analyses ont montré des résultats conformes parfaitement avec les normes présentées par (JORA, 2017) et le NF ISO 7954/88.

L'ensemble des résultats analysés nous permettent de conclure que la méthode artisanale pour la fabrication de la confiture ne fournit pas un produit fini d'une valeur escompté mais ces mêmes produits ne constituent aucun risque d'hygiène sur les consommateurs puisqu'ils sont exempts de tous micro-organismes nuisibles.

Références

- Bahorun, T., Grinier, B., Trotin, F., Brunet, G., Pin, T., Luncky, M., Vasseur, J., Cazin, M., Cazin, C. and Pinkas, M. 1996. Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. Arzneimittel-Forsching, 46(11): 1086-1089
- 2. Barboni T., 2006-Contribution de méthodes de la chimie analytique à l'amélioration de la qualité de fruits et à la détermination de mécanismes (EGE) et de risques d'incendie. Thèse docteur de l'université de corse. Ecole doctorale environnement et societe. Univ. di Corsica Pasquale Paoli : 35-38p
- **3. Belitz H-D., Grosch H. et Schieberle P. (2009).** Food Chemistry. 4ème edition. Springer Verlag Berlin Heidelberg, 1070
- **4. Bernard, M. (2010).** Les confitures de l'art aux techniques, Mémoire de l'académie nationale de Metz. P177.
- 5. Boucherba, 2015. Valorisation des résidus agro-industriels, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie Département de Microbiologie
- **6. Bounouala R., 2001** Valorisation des sous-produits de l'industrie agrumicole dans l'alimentation du bétail. Unité de Ramdane Djamel Wilaya de Skikda. Mémoire d'ingénieur agronome. Université Badji Mokhtar –Annaba : 27p
- **7. Bouzonville.A.,2004**. –Projet de génie des procédés : La fabrication de confitures de fruit rouges. P04 et 06.
- 8. Chauhan, O. P., Archana, B. S., Singh, A., Raju, P. S., et Bawa, A. S. (2013). Utilization of tender coconut pulp for jam making and its quality evaluation during storage. Food Bioprocess Technology. 6: 1444-1449.
- CODEX STAN 296-2009. Norme du codex alimentarius pour les confitures, gelées et marmelades.
- 10. CODEX STAN 79-1981. Norme pour les confitures et gelées, 9 pages.
- 11. Direction régionale d'agriculture orientale.
- **12. Edmond.R, 2010** MODES DE FABRICATION DE CONFITURES ET DE MARMELADES. Enseignant à l'Ecole Nationale d'Informatique et Ecole Normale Supérieure de l'Université de Fianarantsoa.P17
- 13. Emilie Fredot 2009 : Bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique

- **14. FERHAT M.A., MEKLATI B.Y., CHEMAT F. 2010**. Citrus d'Algérie les huiles essentielles et leurs procèdes d'extraction. Office des publications universitaires. Edition: 1.03.5130, Algérie.
- **15. Gamarra**, **F. M. C.**, **Sakanaka**, **L. S.**, **Tambourgi**, **E. B.**, **Cabral**, **F. A.**, **2006**. Influence on the quality of essential lemon (Citrus aurantifolia) oil by distillation process. Brazilian Journal of Chemical Engineering. 23, 147-151.
- 16. García-Viguera C., Zafrilla P., Romero F., Abellán P., Artés F. et Tomás-Barberán F.A. (1999). Color stability of strawberry jam as affected by cultivar and storage temperature. Journal of Food Science. 64: 2.243-247.
- 17. Igual M. Garcia-Martinez E., Camacho M.M. & Martinez-Navarrete N. (2013). Jam processing and storage effect on β-carotene and flavonoids content in grapefruit. Journal of Fonctional Foods. 5: 736-744
- **18. KHEN Ouissam 2014,** Erosion génétiquedes espèces agrumicolesdans la wilaya de Skikda: Contraintes de production, Université 20 Août 1955 Skikda
 - 19. Laboratoire Aqualeha (https://aqualeha.com).
- 20. Lieutaghi P., 2004-Le livre des arbres arbustes et arbrisseaux. Ed Actes SVD : 462p
- 21. Lin, C.M., Sheu, S.R., Hsu, S.C., Tsai, Y.H., 2010. Determination of bactericidal efficacy of essential oil extracted from orange peel on the food contact surfaces. Food Control. 2, 1710-1715
- **22. Loussert R.**, **1987** Les agrumes ; production. Volume2. Edition scientifiques universitaires mkulles, Mar. France paris : 9p
- 23. M'hiri N., 2015. Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur lesphénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange « Maltaise demi sanguine» et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone. Thèse de Doctorat.
- 24. Maroc Citrus, 2020 (http://maroc-citrus.com/statistiques-2/)
- **25. NF EN ISO 7937. (2005).** Microbiologie des aliments. Méthode horizontale pour le dénombrement de Clostridium perfringens Technique par comptage des colonies
- **26. Praloran, J.C., 1971**. Les agrumes, Maisonneuve G.P., Larose, Paris.
- 27. Rababah TM, AL-Mahasneh MA, Kilani I, Yang W, Alhamad MN, Ereifej K, Alu'datt M. 2011. Effect of jam processing and storage on total phenolics, antioxidant activity, and anthocyanins opf different fruits. Journal of the Science of Food and Agriculture 91:1096-1102.
- 28. Roux W., (1994). La grande industrie de verres. Paris, 3^{ème} Edition. 220p.
- **29. R. SCHWOB** et **R. HUET** Institut Français de Recherches Fruitières Outre-Mer (I.F.A.C) (Fruits _Vol. 20, n° 7, 1965 «R. SCHWOB et R. HUET ; **1965** »).

- **30.** Sahraoui, N., Abert Vian, M., El Maataoui, M., Boutekedjiret, Chemat, F., 2011. Valorization of citrus by-products using Microwave Steam Distillation (MSD). Innovative Food Science
- **31. Sophie, A.**, **et Sabulard. (2012).** Confiture inratable : des recettes gourmandes vraiment faciles. Edition Leduc.s. p, 11.
- **32. Spiegel-Roy P. a Goldschmidt E. E., 1996** The Biology of Citrus. Éd Cambridge University Press: 81p
- **33. Swingle W.**T. **and Reece P.C., 1967**. The botany of Citrus and Relatives in « The citrus Industry », Univ. of California, Berkeley W., Reuther L.D., Batchelor and Webber H.G.
- **34. Yeoh, S., Shi J., Langrish, T.A.G., 2008**. Comparisons between different techniques for waterbased extraction of pectin from orange peels. Desalination. 218, 229-237.

Annexes

 $\begin{tableau}{ll} \textbf{Tableau 8}: masse \'equivalent glucose (mg) correspondant au volume de titration par le Permanganate de potassium. \end{tableau}$

KMnO ₄	Glucose								
(ml)	(mg)								
2.0	6.20	7.0	22.26	12.0	39.17	17.0	57.20	22.0	76.07
.1	6.51	.1	22.63	.1	39.55	.1	57.57	.1	76.46
.2	6.82	2	22.95	.2	39.94	2	57.94	2	76.84
.3	7.13	.3	23.26	.3	40.29	3	58.31	.3	77.24
.4	7.44	.4	23.63	.4	40.65	.4	58.69	.4	77.65
.5	7.75	.5	23.95	.5	40.99	.5	59.04	.5	78.05
.6	8.06	.6	24.26	.6	41.35	.6	59.38	.6	78.44
.7	8.37	.7	24.63	.7	41.70	.7	59.76	.7	78.81
.8	8.68	.8	24.95	.8	42.06	.8	60.13	8	79.16
.9	8.99	.9	25.26	.9	42.10	.9	60.50	9	79.56
3.0	9.31	8.0	25.63	13.0	42.76	18.0	60.88	23.0	79.95
.1	9.62	:1	25.95	1	43.11	.1	61.28	.1	80.35
.2	9.94	2	26.31	.2	43.47	.2	61.57	2	80.75
.3	10.26	.3	26.63	.3	43.82	.3	62.02	.3	81.15
.4	10.58	.4	26.95	.4	44.19	.4	62.37	.4	81.55
.5	10.91	.5	27.37	.5	44.57	.5	62.74	.5	81.95
.6	11.23	.6	27.63	.6	44.93	.6	63.12	.6	82.34
.7	11.56	.7	27.95	.7	45.28	.7	63.49	.7	82.74
.8	11.80	.8	28.25	.8	45.63	.8	63.86	.8	83.13
.9	12.22	.9	28.63	.9	46.03	.9	64.24	.9	83.53
4.0	12.55	9.0	28.95	14.0	46.34	19.0	64.62	24.0	83.91
.1	12.85	.1	29.28	.1	46.68	.1	64.99	.1	84.33
.2	13.17	.2	29.61	.2	47.04	2	65.35	2	84.72
.3	13.48	.3	29.95	.3	47.40	3	65.73	.3	85.15
.4	13.82	.4	30.25	.4	47.75	.4	66.10	.4	85.58
.5	14.13	.5	30.65	.5	48.07	.5	66.48	.5	85.78
.6	14.47	.6	31.00	.6	48.45	.6	66.85	.6	86.37
.7	14.79	.7	31.34	.7	48.81	.7	67.23	.7	86.77
.8	15.13	.8	31.69	.8	49.16	.8	67.60	.8	87.15
.9	15.44	.9	32.02	.9	49.50	.9	67.98	.9	87.56
5.0	15.76	10.0	32.35	15.0	49.86	20.0	68.35	25.0	87.97
.1	16.06	.1	32.70	.1	50.26	.1	68.72		
.2	16.37	.2	33.05	.2	50.67	.2	69.09		
.3	16.69	.3	33.39	.3	51.04	3	69.47		
.4	17.02	.4	33.72	.4	51.10	.4	69.84		
.5	17.23	.5	34.05	.5	51.75	.5	70.21		
.6	17.66	.6	34.38	.6	52.09	.6	70.59		
.7	17.98	.7	34.97	.7	52.46	.7	70.99		
.8	18.31	.8	35.12	.8	52.83	.8	71.39		
.9	18.65	.9	35.46	.9	53.21	.9	71.77	Service of	
6.0	18.98	11.0	35.82	16.0	53.59	21.0	72.15		
.1	19.27	.1	36.15	.1	53.96	.1	72.55		
.2	19.61	2	36.50	.2	54.32	2	72.94		
.3	19.94	.3	36.83	.3	54.67	3	73.34		
.4	20.26	.4	37.17	.4	55.02	.4	73.73		
.5	20.60	.5	37.53	.5	55.40	.5	74.13		
.6	20.93	.6	37.98	.6	55.77	.6	74.53		
.7	21.26	.7	38.22	.7	56.14	.7	74.93		
.8	21.63	.8	38.55	.8	56.51	.8	75.32		
.9	21.95	.9	38.87	.9	56.86	9	75.70	1	

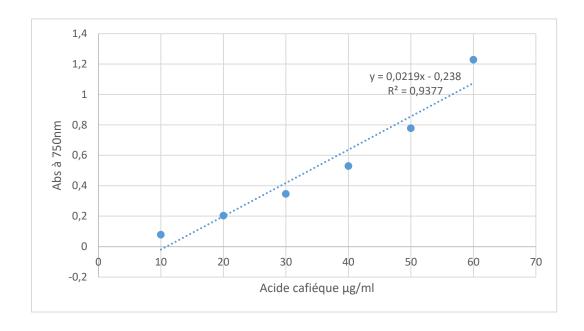


Figure 4: Courbe d'étalonnage de polyphénols totaux

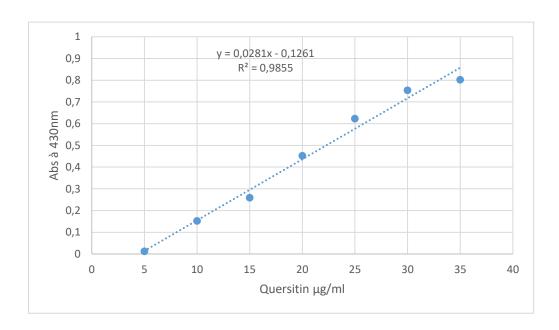


Figure 5. Courbe d'étalonnage pour la quantification des flavonoïdes