

Étude de la production et de la stabilité d'extraits concentrés de "Bissap" (*Hibiscus Sabdariffa L.*)

Khadim NIANE^{1,2*}, Samba BALDE^{1,2}, Papa Guedel FAYE^{1,2}, Alioune SOW³, Bou NDIAYE^{1,2},
Mady CISSE^{1,2} et Nicolas Cyrille AYEISSOU^{1,2}

¹ Université Cheikh Anta DIOP de Dakar (UCAD), Ecole Supérieure Polytechnique (ESP), Laboratoire Eau, Energie, Environnement et Procédés Industriels (LE3PI), BP 5085 Dakar, Sénégal

² Université Cheikh Anta DIOP de Dakar (UCAD), Ecole Supérieure Polytechnique (ESP), Centre d'Etudes sur la Sécurité Alimentaires et les Molécules Fonctionnelles (CESAM-RESCIF), BP 5085 Dakar, Sénégal

³ Université Gaston Berger (UGB), UFR des Sciences Agronomiques, de l'Aquaculture et des Technologies Alimentaires, BP 0234 Saint Louis, Sénégal

(Reçu le 06 Avril 2023 ; Accepté le 26 Juin 2023)

* Correspondance, courriel : gti.khadim@gmail.com

Résumé

Cette étude a pour objectif de produire des extraits concentrés d'*Hibiscus sabdariffa L.* qui seront stable au cours de la conservation. Pour se faire, des extraits aqueux sont concentrés sous vide à 75 °C, 85 °C et 100 °C, conditionnés dans des flacons en verre avant d'être pasteurisés. Une évaluation des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques des différents concentrés a été effectuée avant conservation à différentes températures. Les résultats obtenus ont montré que les extraits concentrés produits à 75 °C présente un taux de dégradation plus faible en anthocyanes avec une concentration, après production, de 5,45 g.kg⁻¹ MS contre 4,96 et 2,89 g.kg⁻¹ MS pour respectivement ceux à 85 °C et 100 °C. La modélisation de la dégradation des anthocyanes a montré une perte de 37 %, 32 % et 25 % pour les extraits concentrés à 75 °C, 85 °C et 100 °C après 90 jours de conservation à 4 °C. Les extraits concentrés présentent un réel intérêt tant sur le plan organoleptique que nutritionnel avec entre autre une bonne conservation du goût (les anthocyanes). Ils pourront également être utilisés comme matière première pour la production de boisson et d'instantanée.

Mots-clés : *Bissap, Hibiscus Sabdariffa, Anthocyanes, extraits concentrés.*

Abstract

**Study of the Production and Stability of concentrated extracts of "Bissap"
(*Hibiscus Sabdariffa L.*)**

The objective of this study is to produce concentrated extracts of *Hibiscus sabdariffa L.* that will be stable during storage. To do this, aqueous extracts are concentrated under vacuum at 75°C, 85°C and 100°C, conditioned in glass bottles before being pasteurized. An evaluation of the physicochemical and biochemical characteristics of the different concentrates was carried out before storage at different temperatures. The results obtained showed that the concentrated extracts produced at 75°C had a lower rate of degradation of

anthocyanin with a concentration, after production, of 5.45 g.kg⁻¹ DM compared to 4.96 and 2.89 g.kg⁻¹ DM for those at 85°C and 100°C respectively. Modeling of anthocyanin degradation showed a loss of 37 %, 32 % and 25 % for concentrated extracts at 75°C, 85°C and 100°C after 90 days of storage at 4°C. Concentrated extracts are of real interest both on an organoleptic and nutritional level with, among other things, good flavor retention (anthocyanins). They can be used as a raw material for beverages and instant products.

Keywords : *Bissap, Hibiscus Sabdariffa, Anthocyanins, concentrated extracts.*

1. Introduction

D'origine soudanaise et introduit au Sénégal au XIX^{ème} siècle, *Hibiscus Sabdariffa* ou Bissap en wolof est cultivé en vue d'une consommation des feuilles et des calices des fleurs pour la sauce, les boissons et les confitures. Le Bissap rencontre, néanmoins, quelques difficultés qui sont liées, entre autre, à une instabilité des anthocyanes (molécules responsables de la couleur) [1]. *Hibiscus Sabdariffa L.* est une plante annuelle avec un fruit qui est composé d'un calice de 5 sépales devenant juteux, charnus et croquants à maturité. Les calices constituent la principale partie consommable et ses caractéristiques sont très variées [2]. Ils contiennent des protéines, des vitamines, des polyphénols, des pectines, du carotène, des fibres, des minéraux, des anthocyanes, des acides, etc. La présence de tous ces éléments explique l'utilisation d'*Hibiscus Sabdariffa* dans divers domaines [3, 5]. Ils contiennent également des acides organiques tels que les acides succiniques et oxaliques, des sucres dont majoritairement le glucose, le fructose et le saccharose et d'autres composés comme les minéraux, les protéines, les lipides et d'autres éléments qui sont présents en faibles quantités [5, 6]. Au Sénégal, quatre variétés (Vimto, Koor, CLT 92 et Thai) sont cultivées avec différents rendements. *Hibiscus Sabdariffa* présente une multitude d'utilisations alimentaires (comme colorant naturel [3], la production de vinaigre d'oseille [7]) et pharmaceutiques (pour le traitement de l'hypertension, du cancer ou l'anémie [8 - 10]). Il serait utilisé comme antimicrobien et pour calmer les piqûres d'insectes [11]. Au Sénégal, les variétés « Koor » et « Vimto » sont les plus populaires consommées [7]. Les anthocyanes sont des pigments naturels des feuilles, des fruits et font parties de la famille des polyphénols qui sont hydrosolubles [11, 12]. La molécule d'anthocyane est constituée en deux ou trois parties : le noyau flavylum (le chromophore, molécule responsable de la couleur), un groupe de sucres (les glucosides) qui se composent de deux parties : l'une contient un sucre (glucose) et la seconde partie, la plus active, est nommée aglycone (ou aglycone) [3]. Ils sont sensibles néanmoins à plusieurs facteurs dont le pH, la lumière, l'oxygène (en accentuant l'effet du pH et en influant sur la stabilité [13, 14]) ou encore la température (en favorisant la formation de chalcones) [13, 15, 16]. Ils sont également sensibles à la copigmentation (influant sur la tonalité ou le pouvoir colorant des molécules) et les réactions enzymatiques (brunissement enzymatique) [17, 18]. Ce travail s'effectue dans le contexte de recherches de technologies pouvant permettre une meilleure conservation des anthocyanes au cours de la conservation. Ainsi, une étude de la stabilité de différents extraits concentrés produits sous vide a été effectuée à plusieurs températures de conservation.

2. Matériel et méthodes

2-1. Matériel végétal et de conditionnement

Les variétés « Koor » et « Vimto » de calices d'*Hibiscus Sabdariffa* provenant de Latmingué dans la région de Kaolack (Sénégal) ont été utilisées pour la préparation des extraits concentrés. Des flacons en verre de 30 ml ont été utilisés pour le conditionnement. Ils ont été ensuite enroulés de papier aluminium afin d'éliminer l'effet de la lumière sur le produit.

2-2. Préparation des extraits d'*Hibiscus Sabdariffa*

Les extraits d'*Hibiscus Sabdariffa* ont été préparés selon un ratio de 1/5 (m/m) avec un mélange 50/50 de calices des deux variétés utilisées. Une macération de 02 h minimum a été effectuée afin d'obtenir un extrait avec une teneur en extrait sec supérieur à 8. Les extraits ont été ensuite filtrés une première fois avec un filtre en inox de mailles supérieures à 0,2 mm et une seconde fois par une poche filtrante de 0,4 μm pour éliminer les résidus fines (sables, paillettes, etc.). Les extraits obtenus ont été utilisés dans l'évaporateur pour la préparation des extraits concentrés.

2-3. Évaporation et stabilisation

L'objectif de la concentration est d'obtenir un produit final avec une teneur en extrait sec soluble (Brix) d'environ 60 °B en faisant varier pour cela la température d'évaporation Θ_{ev} dans l'évaporateur sous vide. Les températures d'évaporation de 100 °C, 85 °C et 75 °C ont été utilisées pour l'étude. Pour toutes les températures d'évaporation, l'évaporateur a été mise sous vide, en veillant également qu'il n'y ait pas d'emportement d'extrait dans la vapeur d'eau évaporée. Après le chargement de l'évaporateur, le chauffage a été mis en marche et le vide a été créé pour évaporer la solution. A l'obtention d'un brix supérieur à 55, la machine a été arrêtée et le vide a été coupé progressivement pour éviter une augmentation rapide de la température qui pourrait provoquer une concentration rapide et également une altération avancée des anthocyanes. La pression redevenue normale, l'extrait concentré a été purgé. Après refroidissement, les concentrés ont été conditionnés dans les flacons. Par la suite, les concentrés ont été pasteurisés à 70 °C pendant 30 min à l'aide d'un bain marie Memmert. Après pasteurisation, les extraits concentrés ont été conservés à 4 °C, 20 °C, 30 °C, 37 °C et 45 °C afin de suivre la stabilité des anthocyanes pendant 90 jours.

2-4. Analyses physico-chimiques et biochimiques

Pour la caractérisation des différents extraits concentrés, les analyses physico-chimiques effectuées ont été le pH par pH-métrie, l'extrait sec soluble (Brix) par réfractométrie, l'acidité titrable par titrimétrie et les sucres réducteurs et totaux par la méthode de Luff-Schoorl.

2-5. Détermination de la teneur en anthocyanes totaux

Le principe est basé sur la modification de la coloration des anthocyanes en fonction du pH (méthode pH-différentiel) [19]. Après dilution de l'extrait dans deux solutions tampon à pH 1,0 et pH 4,5, l'absorbance a été mesurée à 510 et à 700 nm. Les résultats s'expriment en mg.L^{-1} d'extrait liquide ou en g.kg^{-1} MS.

2-6. Détermination de la teneur en polyphénols

Le dosage a été effectué à l'aide du réactif de Folin-Ciocalteu. La méthode consiste à oxyder l'échantillon à analyser par du réactif de Folin avant de le neutraliser par du carbonate de sodium. Après incubation pendant 15 min à 50 °C dans un bain marie, l'absorbance des échantillons a été lue à 760 nm par un spectrophotomètre UV (SPECORD 200 PLUS). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalents acide gallique pour 100 g de matière sèche.

2-7. Détermination des caractéristiques chromatographiques

L'évaluation de la couleur d'extrait d'anthocyanes a été effectuée par la mesure de l'intensité de la couleur (IC) de solution d'extrait de 1% à pH 3 à la longueur d'onde de 520 nm. Les indices de couleur ont permis d'apprécier la qualité du colorant ainsi que sa nuance ou sa teinte. L'indice brun (IB) représente la proportion

de la couleur jaune par rapport à la couleur rouge alors que l'indice violet (IV) représente la proportion de bleu par rapport au rouge. La densité de couleur (DC) a été définie par la somme des absorbances à 430, 520 et 580 nm d'une solution à pH 3.

2-8. Analyse statistique

L'exploitation des résultats de caractérisation a été effectuée en utilisant le logiciel d'analyse statistique STATISTICA 7.1 qui permet par une analyse de variance de voir les différences entre les plusieurs échantillons avec un test de Fisher pour un seuil de probabilité de 5 %. Pour l'exploitation des résultats de suivi de la conservation, il a été effectué une modélisation de la dégradation en anthocyanes au cours de la conservation en utilisant les modèles mathématiques d'Arrhenius, d'Eyring ou de Ball. L'utilisation des modèles permettra également de prédire la dégradation sur une durée de conservation plus longue.

2-9. Modèle d'Arrhenius

L'utilisation du modèle a été faite en déterminant les paramètres suivants : le taux destruction du composé pour un temps infini k_{∞} et l'énergie d'activation E_a . Le k représente la constante cinétique de vitesse ou encore le taux de destruction des composés à la température T . Pour déterminer les paramètres k_{∞} et E_a , la loi d'Arrhenius est réécrite par *l'Équation 1*.

$$\ln k = \ln k_{\infty} - \frac{E_a}{RT} \quad (1)$$

avec, T = température exprimée en Kelvin (K); $k(\infty)$ = correspond à la valeur de k à $t = \infty$ (t en s¹); E_a = énergie d'activation (J.mol⁻¹); R = constante des gaz parfaits = 8,31 J.mol⁻¹.K⁻¹.

2-10. Modèle d'Eyring

Le modèle d'Eyring théorique, aussi connu comme le modèle de Eyring-Polanyi, est basé sur la théorie de l'état de transition dans lequel l'enthalpie d'activation (ΔH^*) et l'entropie d'activation (ΔS^*) sont les paramètres du modèle (*Équation 2*). L'utilisation du modèle d'Eyring suppose également que la réaction est du 1^{er} ordre.

$$\ln \frac{k}{T} = \ln \frac{k_B}{h} + \frac{\Delta S^*}{R} - \frac{\Delta H^*}{RT} \quad (2)$$

avec, ΔH^* = enthalpie d'activation (J.mol⁻¹); ΔS^* = entropie d'activation (J.mol⁻¹.K⁻¹); k_B = constante de Boltzmann = 1,381. 10²³ J. K⁻¹; h = la constante de Planck = 6,626.10³⁴ J.s; R = constante des gaz parfaits = 8,31 J.mol⁻¹.K⁻¹; T = température exprimée en Kelvin.

2-11. Modèle de Ball

Le modèle de Ball exprime la thermorésistance du composé étudié par la connaissance des paramètres D_0 et z . D représente la durée de chauffage, dans les conditions de l'expérience qui entraîne une réduction de 90 % des anthocyanes présentes. La réaction étant toujours du 1^{er} ordre, l'équation du modèle de Ball est exprimée par *l'Équation 3*.

$$\log_{10} D = \log_{10} D_0 - \frac{T}{z} \quad (3)$$

Dans les milieux agroalimentaires, le modèle de Ball est pourtant préféré, compte tenu de son paramètre z plus tangible que l' E_a du modèle d'Arrhenius.

3. Résultats et discussion

3-1. Résultats

3-1-1. Caractéristiques physico-chimiques des extraits concentrés

Les caractéristiques physico-chimiques et biochimiques des extraits ont été déterminées et les résultats obtenus consignés dans le Tableau ci-dessous (**Tableau 1**). La détermination de la concentration en anthocyanes avant et après pasteurisation a permis de tracer l'histogramme (**Figure 1**). L'analyse du **Tableau 1** montre que pour le pH, il n'existe pas de différences significatives pour tous les échantillons avant pasteurisation (1,31 pour C₁₀₀₋₁, 1,32 pour C₈₅₋₁ et 1,31 pour C₇₅₋₁). Après pasteurisation, une baisse est observée uniquement pour les échantillons produits à 100 et 85 °C (1,23 pour C₁₀₀₋₂ et 1,26 pour C₈₅₋₂). Concernant la teneur en sucres réducteurs, une augmentation significative a été observée entre les différents extraits concentrés avec la température d'évaporation (27,16 g.kg⁻¹ MS pour C₁₀₀₋₁, 24,96 g.kg⁻¹ MS pour C₈₅₋₁ et 22,4 g.kg⁻¹ MS pour C₇₅₋₁). Par contre, les résultats obtenus ont montrés, pour tous les échantillons, qu'il n'y a pas d'évolution significative des sucres réducteurs après pasteurisation (27,30 g.kg⁻¹ MS pour C₁₀₀₋₂, 24,40 g.kg⁻¹ MS pour C₈₅₋₂ et 21,97 g.kg⁻¹ MS pour C₇₅₋₂). Les extraits concentrés produits à 75 °C ont présentés la teneur en sucres totaux la plus élevée (42,04 g.kg⁻¹ MS pour C₇₅₋₁) parmi tous les échantillons obtenus après évaporation. En outre, pour les échantillons produits à 100 et 75 °C, une baisse significative est observée après pasteurisation (29,70 g.kg⁻¹ MS pour C₁₀₀₋₂ et 30,92 g.kg⁻¹ MS pour C₇₅₋₂). Concernant la teneur en polyphénols, les extraits produits à 100 °C ont présentés la teneur la plus élevée avec 14,12 g EAG.kg⁻¹ MS pour C₁₀₀₋₁. Par contre, après pasteurisation, il n'y a pas eu d'évolution significative de la teneur en polyphénols des échantillons. Les résultats obtenus ont montré une baisse significative de la teneur en anthocyanes lorsque la température d'évaporation sera supérieure à 85 °C (2,89 g.kg⁻¹ MS pour C₁₀₀₋₁, 4,96 g.kg⁻¹ MS pour C₈₅₋₁ et 5,45 g.kg⁻¹ MS pour C₇₅₋₁). En outre, les données expérimentales obtenues (**Figure 1**) ont permis de constater de faible baisse de la teneur en anthocyanes après pasteurisation avec des valeurs de l'ordre de 10 % pour les échantillons à 100 °C et 85 °C (8 % pour 100 °C et 13 % pour 85 °C). Les échantillons produits à 75 °C présentent des pertes très faibles par rapport aux autres échantillons, environ 3 %. Concernant les caractéristiques chromatiques, les échantillons produits à 100 °C ont présentés l'indice brun (IB) le plus élevé (0,97 pour C₁₀₀₋₁). Ces échantillons ont également l'indice violet (IV) le plus élevé (0,63 pour C₁₀₀₋₁). Néanmoins, il n'y a pas d'évolution significative des indices pour les échantillons produits à 85 et 75 °C (respectivement 0,71 et 0,68 pour IB et 0,40 pour IV).

Tableau 1 : Caractéristiques physico-chimiques et biochimiques des extraits concentrés

Analyses	C ₁₀₀₋₁	C ₁₀₀₋₂	C ₈₅₋₁	C ₈₅₋₂	C ₇₅₋₁	C ₇₅₋₂
pH	1,31 ± 0,03 ^(ab)	1,23 ± 0,00 ^(c)	1,32 ± 0,02 ^(b)	1,26 ± 0,01 ^(d)	1,31 ± 0,01 ^(ab)	1,29 ± 0,01 ^(a)
Sucres Réducteurs (g.kg ⁻¹ MS)	27,16 ± 0,39 ^(a)	27,30 ± 0,33 ^(a)	24,96 ± 0,69 ^(b)	24,40 ± 0,69 ^(b)	22,4 ± 0,33 ^(c)	21,97 ± 0,19 ^(c)
Sucres Totaux (g.kg ⁻¹ MS)	33,72 ± 0,96 ^(c)	29,70 ± 0,19 ^(ab)	28,82 ± 0,57 ^(a)	29,26 ± 0,19 ^(a)	42,04 ± 1,03 ^(d)	30,92 ± 1,00 ^(b)
Anthocyanes (g.kg ⁻¹ MS)	2,89 ± 0,09 ^(a)	2,67 ± 0,25 ^(a)	4,96 ± 0,04 ^(bc)	4,30 ± 0,36 ^(b)	5,45 ± 0,18 ^(c)	5,30 ± 0,47 ^(c)
Polyphénols (g EAG.kg ⁻¹ MS)	14,12 ± 0,87 ^(b)	13,17 ± 1,54 ^(ab)	12,63 ± 0,90 ^(a)	12,22 ± 1,17 ^(ab)	11,85 ± 0,71 ^(a)	12,13 ± 0,46 ^(a)
Indice Brun (IB)	0,97 ± 0,01 ^(a)	0,94 ± 0,02 ^(a)	0,71 ± 0,01 ^(bc)	0,75 ± 0,01 ^(b)	0,68 ± 0,02 ^(c)	0,72 ± 0,01 ^(bc)
Indice Violet (IV)	0,63 ± 0,01 ^(a)	0,62 ± 0,02 ^(a)	0,40 ± 0,01 ^(b)	0,43 ± 0,01 ^(b)	0,40 ± 0,02 ^(b)	0,42 ± 0,01 ^(b)

C₁₀₀₋₁, C₈₅₋₁ et C₇₅₋₁ : Concentré produit à 100, 85 et 75 °C avant pasteurisation ; C₁₀₀₋₂, C₈₅₋₂ et C₇₅₋₂ : Concentré produit à 100, 85 et 75 °C après pasteurisation ; MS : Matière Sèche et EAG : Equivalent Acide Gallique.

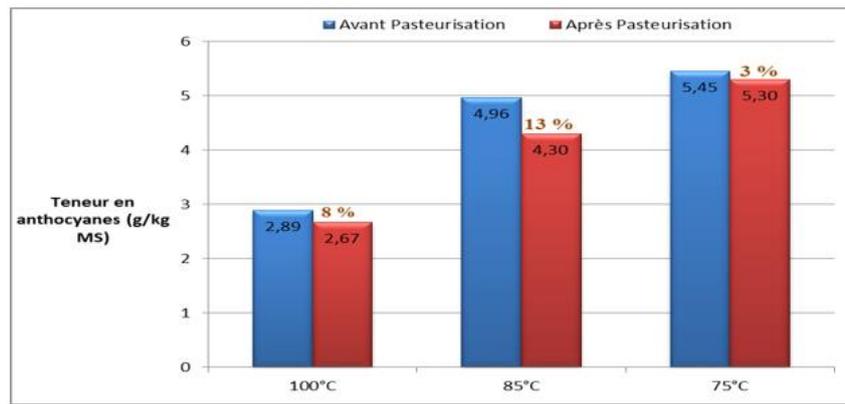


Figure 1 : Variation de la teneur en anthocyanes avant et après pasteurisation

3-1-2. Évolution de la teneur en anthocyanes totaux et modélisation des pertes

L'évolution de la concentration en anthocyanes dans les différents produits est l'une des paramètres essentiels suivis au cours du stockage. Les résultats obtenus ont permis de tracer la courbe (Figure 2) ci-dessous. L'analyse de la figure a montré que quel que soit la température de stockage, la teneur en anthocyanes totaux diminue. Cette dégradation est plus accentuée à 45 °C où les teneurs sont d'environ 1,00 g.kg⁻¹ MS (1,22 g.kg⁻¹ MS à 85 °C et 75 °C et 0,95 g.kg⁻¹ MS à 100 °C) pour tous les échantillons avant 20 jours de stockage.

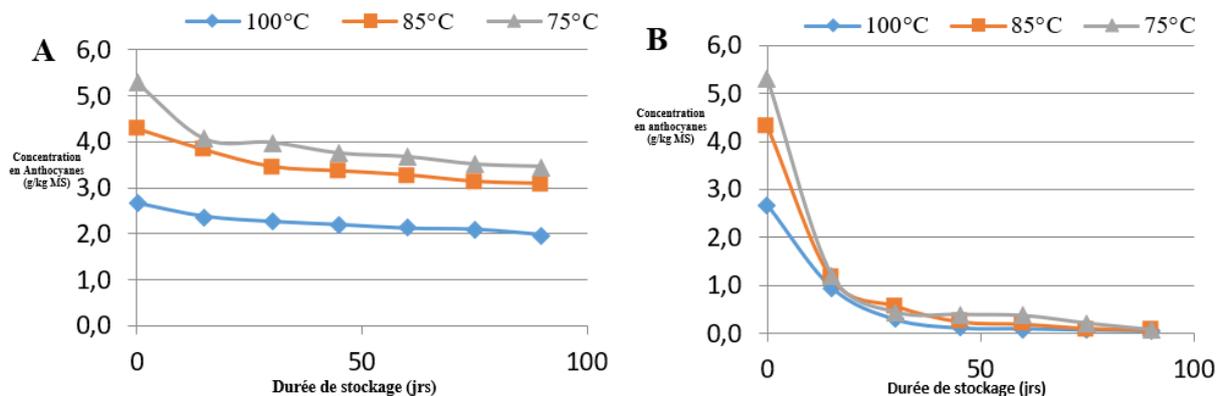


Figure 2 : Évolution de la concentration en anthocyanes des différents concentrés à 4°C (A) et 45°C (B) au cours du stockage

Les différentes données obtenues au cours de la conservation ont permis de déterminer les paramètres de modèles (Arrhenius, Eyring et Ball).

3-1-3. Pertes en anthocyanes des concentrés après 90 jours et 180 jours de conservation

A partir des paramètres de modèles, les pertes en anthocyanes ont été par la suite calculées après 90 jours et 180 jours de conservation. Les résultats obtenus ont été consignés dans le **Tableau 2**. Après 90 jours de conservation, la teneur en anthocyanes obtenue a été très faible avec plus de 97 % de pertes à 45 °C et plus de 60 % à 20 °C pour tous les échantillons. En outre, pour une conservation à 4 °C, la préservation est plus importante avec 3,46 g.kg⁻¹ MS à 75 °C, 3,09 g.kg⁻¹ MS à 85 °C et 1,98 g.kg⁻¹ MS à 100 °C après 90 jours de conservation. Ainsi, ces différentes pertes obtenues ont été de l'ordre de 25 à 40 % (25,87 % à 75 °C, 33,38 % à 85 °C et 38,12 % à 75 °C) suivant le modèle de Ball (Tableau 2). Ces pertes ont été quasiment le

double pour une conservation des extraits à 20 °C (60,26 % à 100 °C, 68,68 % à 85 °C et 61,76 % à 75 °C). Globalement, il a été constaté que les échantillons produits à 100 °C, ont présenté les pertes les plus faibles pour une conservation (28,08 g.kg⁻¹ MS à 4 °C et 60,26 g.kg⁻¹ MS à 20 °C) à la différence des extraits à 75 °C (38,12 g.kg⁻¹ MS et 61,76 g.kg⁻¹ MS). Les prévisions effectuées, pour 180 jours de conservation, ont montré des pertes de 46,83 % à 100 °C, 55,62 % à 85 °C et 61,71 % à 75 °C pour une réfrigération (4 °C). Pour une conservation à 20 °C, les pertes obtenues sont supérieures à 80 % pour tous les échantillons (84,20 % à 100 °C, 89,24 % à 85 °C et 90,05 % à 75 °C). Pour une conservation à plus de 20 °C, les pertes observées ont été supérieures à 97 %.

Tableau 2 : Pertes en anthocyanes des concentrés à partir des différents modèles

		Modèles						
		Arrhenius	Eyring	Ball	Ball			
		4 °C			20 °C	30 °C	37 °C	45 °C
90 jrs	100	25,84	25,87	27,08	60,26	83,52	94,40	99,28
	85	32,03	32,05	33,38	68,68	87,69	96,15	98,66
	75	37,00	37,04	38,12	61,76	81,04	91,29	97,73
180 jrs	100	45,01	45,05	46,83	84,20	97,29	99,69	99,99
	85	53,80	53,83	55,62	89,24	98,49	99,85	100,00
	75	60,32	60,36	61,71	90,05	98,15	99,71	99,99

3-2. Discussion

3-2-1. Caractéristiques physico-chimiques des extraits concentrés

La baisse du pH peut s'expliquer par la formation de composés furaniques qui a pu se décomposer en acides. En effet, [20] a montré que l'hydroxyméthylfurfural se décompose en acides lévulinique et formique dans les environnements acides de la plupart des fruits contenant des anthocyanes et de leurs jus. Cela pourrait également s'expliquer par le fait que les sucres peuvent être acylés [21]. Cette augmentation de la teneur en sucres réducteurs peut s'expliquer par une hydrolyse des sucres complexes qui s'effectue de manière concomitante à la réaction de Maillard. La baisse de la teneur en sucres totaux pourrait s'expliquer pour les extraits à 100 et 85 °C, en plus de l'hydrolyse, par les réactions de Maillard favorisées par les températures d'évaporation utilisées [22, 23]. La teneur élevée en polyphénols pourrait s'expliquer par une durée de traitement plus courte du fait de l'augmentation de la température d'évaporation. Des études effectuées ont montré que l'*Hibiscus sabdariffa* serait riche en acides phénoliques notamment en acides ellagique, protocatéchique, caféique, etc. [5, 24]. L'acide ellagique pourrait se combiner avec le glucose pour former des ellagitannins. Pour les anthocyanes, certains auteurs ont suggéré que la dégradation des composés anthocyaniques (cyanidine 3-glucoside ou malvidine 3,5-diglucoside) serait favorisée par l'hydrolyse des sucres et la formation d'aglycone dans un extrait aqueux acide [13, 25, 26]. Après pasteurisation, l'analyse statistique effectuée a montré qu'il n'y a pas de différences significatives. Ces résultats ont permis d'observer que le barème de pasteurisation utilisé (70 °C/30 min) n'a pas d'effet significatif sur la variation de la concentration en anthocyanes. Pour les extraits à 100 °C, ce résultat peut s'expliquer par la forte dégradation des anthocyanes lors de la concentration des échantillons. Pour les concentrés à 75 °C, les pertes observées pourraient s'expliquer par la température d'évaporation basse qui réduirait la formation des produits de dégradation des anthocyanes (aglycone, etc.). Pour les caractéristiques chromatiques, les valeurs élevées des indices de brun et de violet obtenues à 100 °C pourraient s'expliquer par la forte température de production qui a dégradé les anthocyanes et a permis la formation de composés de dégradation comme les chalcones (incolores).

3-2-2. Pertes en anthocyanes des concentrés après 90 jours et 180 jours de conservation

Les pertes relativement faibles observées, pour une conservation à 4 °C, pourrait s'expliquer par le fait que la température de conservation limiterait plus l'effet des produits de destruction dans les concentrés. Malgré les faibles pertes obtenues pour les concentrés produits à 100 °C, la concentration en anthocyanes dans les extraits est plus importante pour les extraits à 75 °C du fait de l'impact faible de la production sur ces derniers. D'autre part, les pertes élevées observées, après 90 jours, montrent l'importance d'effectuer un stockage à basse température pour allonger la durée de conservation des anthocyanes. Les prévisions effectuées ont montré que les pertes bien qu'importantes permettraient d'avoir une bonne concentration en anthocyanes totaux dans les extraits à 85 °C et 75 °C. Des études effectuées sur la conservation des anthocyanes dans le vin ont également montré une meilleure stabilité avec en moyenne 50 % de pertes après 12 mois de conservation [27].

4. Conclusion

Cette étude a permis de constater que les températures d'évaporation inférieures à 100 °C n'ont pas d'impacts significatifs sur la variation des paramètres chromatiques et la teneur en polyphénols. Par contre, l'impact de la température conduirait à une baisse significative pour les sucres et les anthocyanes. En outre, ce travail a montré que les échantillons produits à 75 °C ont mieux conservé les anthocyanes au cours du stockage. Cependant, les pertes obtenues ont été, néanmoins, importantes malgré des teneurs assez élevées d'anthocyanes après 6 mois de conservation. De même, la réfrigération (4 °C) a constitué la meilleure méthode permettant de mieux conserver les anthocyanes des extraits concentrés. Les concentrés obtenus étant assez instables, du fait du caractère hydrophile des anthocyanes, il serait important d'optimiser la stabilisation en utilisant des tannins ou encore des conservateurs. Les extraits peuvent, cependant, être utilisés comme matière première pour la production de boissons (par dilution) ou des poudres instantanées (lyophilisation, etc.).

Références

- [1] - R. L. JACKMAN, R. Y. YADA, M. A. TUNG and R. A. SPEERS, "ANTHOCYANINS AS FOOD COLORANTS - A REVIEW," *J. Food Biochem.*, Vol. 11, N°3 (Sep. 1987) 201 - 247 p., doi: 10.1111/j.1745-4514.1987.tb00123.x
- [2] - A. KANE, "Optimisation et modélisation de l'extraction," Diplôme d'Ingénieur Technologue en industries alimentaires, Ecole Supérieure Polytechnique (ESP) de Dakar, (2009)
- [3] - A. ENDRIAS, "Bio-raffinage de plantes aromatiques et médicinales appliqué à l'*Hibiscus sabdariffa* L. et à l'*Artemisia annua*," Thèse en Sciences des Agroressources, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE, (2006)
- [4] - P. M. NGOM, "ESSAI DE STABILISATION DE LA COULEUR ROUGE DE LA BOISSON DE BISSAP (*Hibiscus sabdariffa* L.)," Thèse en biochimie des produits naturels, Université Cheikh Anta Diop (UCAD) de Dakar, (2001)
- [5] - I. DA-COSTA-ROCHA, B. BONNLAENDER, H. SIEVERS, I. PISCHEL and M. HEINRICH, "*Hibiscus sabdariffa* L. – A phytochemical and pharmacological review," *Food Chem.*, Vol. 165, (Dec. 2014) 424 - 443 p., doi: 10.1016/j.foodchem.2014.05.002

- [6] - M. CISSE, M. DORNIER, M. SAKHO, A. NDIAYE, M. REYNES and O. SOCK, "Le bissap (*Hibiscus sabdariffa* L.) : composition et principales utilisations," *Fruits*, Vol. 64, N°3 (May 2009) 179 - 193 p., doi: 10.1051/fruits/2009013
- [7] - M. CISSE, M. DORNIER, M. SAKHO, C. MAR DIOP, M. REYNES and O. SOCK, "La production du bissap (*Hibiscus sabdariffa* L.) au Sénégal," *Fruits*, Vol. 64, N°2 (Mar. 2009) 111 - 124 p., doi: 10.1051/fruits/2009006
- [8] - V. HIRUNPANICH, H. VILASINEE, U. ANOCHA, M. N. PHUMALA, B. NUNTAVAN, S. HITOSHI *et al.*, "Hypocholesterolemic and antioxidant effects of aqueous extracts from the dried calyx of *Hibiscus sabdariffa* L. in hypercholesterolemic rats," *J. Ethnopharmacol.*, Vol. 103, N°2 (Jan. 2006) 252 - 260 p., doi: 10.1016/j.jep.2005.08.033
- [9] - C. P. KHARE, "*Hibiscus sabdariffa* Linn.," *Indian Med. Plants*, Vol. 8, N°1 (2007) 1 - 1 p. doi: 10.1007/978-0-387-70638-2_749
- [10] - M. AJAY, H. J. CHAI, A. M. MUSTAFA, A. H. GILANI and M. R. MUSTAFA, "Mechanisms of the anti-hypertensive effect of *Hibiscus sabdariffa* L. calyces," *J. Ethnopharmacol.*, Vol. 109, N° 3 (2007) 388 - 393 p., doi: 10.1016/j.jep.2006.08.005
- [11] - J. ESPITALIER, "La myrtille (*Vaccinium Myrtillus*) : Botanique, chimie et intérêts thérapeutiques," Thèse en Pharmacie, UNIVERSITE HENRI POINCARÉ - NANCY 1, (2018)
- [12] - K. P. K. LAI, K. D. DOLAN and P. K. W. NG, "Inverse method to estimate kinetic degradation parameters of grape anthocyanins in wheat flour under simultaneously changing temperature and moisture," *J. Food Sci.*, Vol. 74, N°5 (2009) 241 - 249 p., doi: 10.1111/j.1750-3841.2009.01171.x
- [13] - J. B. ADAMS, "Thermal degradation of anthocyanins with particular reference to the 3-glycosides of cyanidin. I. In acidified aqueous solution at 100 °C," *J. Sci. Food Agric.*, Vol. 24, N°7 (1973) 747 - 762 p., Jul., doi: 10.1002/jsfa.2740240702
- [14] - B. CEMEROGLU, S. VELIOGLU and S. ISIK, "Degradation Kinetics of Anthocyanins in Sour Cherry Juice and Concentrate," *J. Food Sci.*, Vol. 59, N°6 (Nov. 1994) 1216 - 218 p., doi: 10.1111/j.1365-2621.1994.tb14680.x
- [15] - B. AMOR BEN, "Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs ; texturation par détente instantanée contrôlée dic," Thèse en Génie des Procédés Industriels, UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE, (2008)
- [16] - A. KANE, Y. DRISS, N. A. NDIAYE, M. CISSE, M. SAKHO and M. DORNIER, "Impact de la teneur en extrait sec soluble sur la dégradation thermique des anthocyanes d'extraits aqueux d'*Hibiscus sabdariffa* L.," *Afrique Sci.*, Vol. 11, N°6 (Nov. 2015)
- [17] - R. BROUILLARD, G. MAZZA, Z. SAAD, A. M. ALBRECHT-GARY and A. CHEMINAT, "The co-pigmentation reaction of anthocyanins: a microprobe for the structural study of aqueous solutions," *J. Am. Chem. Soc.*, Vol. 111, N°7 (Mar. 1989) 2604 - 2610 p., doi: 10.1021/ja00189a039
- [18] - M. AMIOT, "Les flavonoïdes et leurs implications technologiques dans la filière alimentaire," *Archimex*, (1993)
- [19] - R. E. WROLSTAD, J. D. CULBERTSON, C. J. CORNWELL and L. R. MATTICK, "Detection of adulteration in blackberry juice concentrates and wines," *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, Vol. 65, N°6 (1982) 1417 - 1423 p.
- [20] - N. A. M. ESKIN, "Plant pigments, flavors, and textures : the chemistry and biochemistry of selected compounds," in *Food science and technology*, N. Y. Academic Press, Ed., (1979) 219 p.
- [21] - H. GRISEBACH, "Anthocyanins as Food Colors," New York: Academic Press, Ed., (1982) 69 - 92 p.
- [22] - J. AMES M, A. B. DEFAYE, R. G. BAILEY and L. BATESDAGGER, "Analysis of the non-volatile Maillard reaction products formed in an extrusion-cooked model food system," *Food Chem.*, Vol. 61, N°4 (1998) 521 - 524 p., doi: 10.1016/S0308-8146(97)00105-2

- [23] - D. MACHIELS and L. ISTASSE, "La réaction de Maillard: Importance et applications en chimie des aliments," *Ann. Med. Vet.*, Vol. 146, N° 6 (2002) 347 - 352 p.
- [24] - H. H. LIN, K. C. CHAN, J. Y. SHEU, S. W. HSUAN, C. J. WANG and J. H. CHEN, "*Hibiscus sabdariffa* leaf induces apoptosis of human prostate cancer cells in vitro and in vivo," *Food Chem.*, Vol. 132, N°2 (2012) 880 - 891 p., doi: 10.1016/j.foodchem.2011.11.057
- [25] - N. J. ELIZONDO, "Impact des opérations thermiques agroalimentaires à hautes températures sur la dégradation des anthocyanes : Caractérisation et modélisation des cinétiques réactionnelles Impact des opérations thermiques agroalimentaires," Thèse en Génie des procédés, MONTPELLIER SUPAGRO, (2011)
- [26] - B. PIFFAUT, F. KADER, M. GIRARDIN and M. METCHE, "Comparative degradation pathways of malvidin 3,5-diglucoside after enzymatic and thermal treatments," *Food Chem.*, Vol. 50, N°2 (Jan. 1994), 115 - 120, doi: 10.1016/0308-8146(94)90106-6
- [27] - C. PUECH, S. VIDAL, J.-F. PEGAZ, C. RIOU and P. V. UCHOT, "INFLUENCE DES CONDITIONS DE CONSERVATION DES VINS EN BOUTEILLE SUR LEUR EVOLUTION," *Revue de Viticulture et d'Oenologie de la Vallée du Rhône*, (2006) 1 - 8 p.