

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REpubLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'hamed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Département : Technologie Alimentaire

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie Alimentaire

THEME

**Microencapsulation de la poudre d'écorces de *Punica Granatum* par émulsification avec la cire d'abeille et le beurre :
essais d'incorporation dans un yaourt brassé**

Présenté par : **Achouri ahlem et Kraled Kebir chaimaa**

Soutenu :

juin /2018

Jury:

Présidents: **BENAKMOUM A.**

MC (A)

UMBB

Examineur : **DJEZIRI M.**

MC (B)

UMBB

Co-promoteur: **ZIDANI S.**

MC (B)

UMBB

Promoteur: **HADERBACHE L.**

MA (A)

UMBB

Promotion 2018

Résumé :

Les écorces de grenade représentent une partie très importante du fruit du grenadier et qui possède beaucoup de vertus thérapeutiques selon plusieurs auteurs. ces derniers font l'objet de notre étude, qui consiste en l'encapsulation de la poudre d'écorces de grenade, en utilisant la techniques d'émulsification grâce à un mélange de cire d'abeille et de beurre avec un émulsifiant. Cette encapsulation a pour but l'amélioration du gout et de la couleur d'un yaourt brassé.

Les résultats de la caractérisation montrent que la poudre d'écorce de grenade est riche en minéraux ($6,14 \pm 2,63\%$) et une granulométrie entre 100 et 450 μm avec de bonnes propriétés fonctionnelles, les capsules élaborées avec différents dosages PEG/MG ont donné une efficacité d'encapsulation allant de 4 à 19%.

L'enrichissement du yaourt brassé par la PEGE a donné des produits susceptibles d'être acceptés par le consommateur, le test de Friedman nous a permis de choisir les formulations les plus intéressantes.

Mots clés : Microencapsulation, Ecorce de grenade, émulsion, yaourt enrichi.

Abstract :

Pomegranate bark is a very important part of this fruit and has a lot of therapeutic value according to several authors. These are the subject of our study, which consists of the encapsulation of pomegranate peel powder using emulsification technique with a mixture of beeswax and butter with an emulsifier. Our purpose was the amelioration of taste and color in PEG enriched yoghurt.

The results of this study show that pomegranate bark powder are rich in minerals ($6.14 \pm 2.63\%$), they present homogenous particle size ranging between 100 and 450 μm with good functional properties, the encapsulation efficiency has been evaluated between 4 and 19 %.

PEGE Enriched stirred yoghurt was likely to be accepted by the consumer, the Friedman test allowed us to choose more interesting formulations.

Keywords: microencapsulation, pomegranate peel, emulsion, enriched yoghurt.

الملخص

يعتبر لحاء الرمان جزء مهم جدا من هذه الفاكهة وله الكثير من القيمة العلاجية وفقا لعدة مؤلفين ، وهذا هو موضوع دراستنا ، والذي يهتم بتغليف مسحوق قشر الرمان باستخدام تقنية الاستحلاب و ذلك بالخلط من شمع النحل والزبدة ، الهدف من ذلك تحسين اللون ومذاق الزبادي المقلب المصنوع بها.

أظهرت نتائج هذه الدراسة أن مسحوق لحاء الرمان غني بالمعادن ($6.14 \pm 2.63\%$) والمسحوق منتظم التكوين. حجم جسيماته يتراوح بين 100 و 450 ميكرومتر ، وتبلغ كفاءة التغليف بهذه التقنية من 4 إلى 19%.

هذه النتائج سمحت لنا بإضافة مسحوق الرمان في الزبادي، وقد سمح لنا اختبار "فريدمان" باختيار الصيغ التي يحتمل أن يقبلها المستهلك.

المفتاح : التغليف، قشر الرمان، الاستحلاب، زبادي مثمن.

Remerciements

En premier, nous remercions dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé , courage et patience pour ce modeste travail Nous tenons à exprimer nous remerciments à notre promotrice Mlle HADERBACHE Latifa, Maitre Assistante à la faculté des sciences de l'ingénieur , Université de Boumerdes, quoique nous disions, les mots ne sauraient exprimer notre profonde gratitude pour avoir suivi et orienté ce travail, pour sa disponibilité, sa patience et ces encouragements qui nous ont beaucoup aidé à surmonter toutes les difficultés.

Un grand mercià Mr ZIDANI Sofiane notre co-promoteur, Maitre de conférence à la faculté des science de l'ingénieur pour son aide, ses conseils et son soutien, qu'il trouve ici l'expression de nos considérations les plus distinguées, nous remercions aussi tous les membre du jury et toutes les personnes ayant contribué à ce travail de près ou loin.

Nous tenons à transmettre nos remerciments à tous les enseignants du département de Génie de procèdes et à tous nos amis de université

Finalement, nous voudrions adresser nos vifs remerciments à tous ceux qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire, Spécialement Mlle HADERBACHE L.

Dédicace

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que dieu te garde dans son vaste paradis, à toi mon père. A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

*Aux personnes dont j'ai bien aimé la présence dans ce jour, à
Ma chère sœur ikram,*

A mon cher frère amine,

mes meilleurs amis nour el houda ,sabrina ,imane ,hassibaet souhila

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagné durant mon chemin d'études supérieures, mes aimables amis, collègues d'étude, toi farida ,linda et chaneiz .

A mon binome ahlam et toutes sa famille

A tous ceux qui m'aiment et ceux que j'aime et a tous ceux qui me connaissent de près ou de loin

chaïmaa

Je tiens à dédier ce modeste travail à :

Mes très chers parents qui n'ont pas cessé de m'encourager et de prier pour moi durant toute la durée de mes études.

Ainsi que ma mère et mon père

A mon frère walid et chamso

A ma chère sœur fatma

A mon chère marie et tous la famille de mon marie

Et une dédicace spéciale pour mon cher oncle

A mon binome chaïmaa et toute sa famille tous mes amis de

l'université de boumerdés tous ceux qui m'aiment et ceux que j'aime et à tous ceux qui me connaissent de près ou de loin.

Ahlem

Sommaire

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

CHAPITRE I

I.1. Généralités sur la grenade	3
I.1.1. Historique.....	3
I.1.2. La grenade.....	3
I.1.3. Composition du fruit du grenadier	4
I.1.3.1. Valeur nutritionnelle de la grenade	4
I.1.4. L'écorce de grenade	5
I.2. Utilisation traditionnelles de l'écorce de grenade	5
I.2.1. Usage médicinal de l'écorce de grenade	5
I.2.1.1. Usage empirique et traditionnels à travers le temps.....	5
I.3. Synthèse des travaux antérieurs sur l'écorce de grenade au sein de l'UMBB	8

CHAPITRE II

II.1. Généralités sur la micro-encapsulation.....	9
II.1.1. Historique et définition de la micro-encapsulation.....	9
II.1.2. Applications de la micro-encapsulation.....	11
II.2. La micro-encapsulation en industrie alimentaire.....	11
II.3. Les Enjeux : avantages et inconvénients	12
II.4. Procédés d'encapsulation physico-chimiques	12
II.4.1. Microencapsulation par coacervation complexe.....	13
II.4.2. Micro encapsulation par coacervation simple.....	14
II.4.3. Procédé basé sur la séparation de phase	14
II.4.4. Procédés d'évaporation et d'extraction de solvant.....	15
II.4.5. Microencapsulation par gélification thermique	16
II.5. Procédés mécaniques	17
II.5.1. Procédé de nébulisation/séchage	17
II.5.2. Procédé d'enrobage en lit fluidisé	17
II.6. Micro-encapsulation par les Émulsions	19
II.6.1. Généralités sur les émulsions.....	19
II.6.2. Stabilité des émulsions	19
II.6.3. Méthodes d'accélération pour la prédiction de la durée de vie.....	21
II.6.4. Encapsulation par émulsification.....	21
II.7. Matériaux d'encapsulation.....	22

CHAPITRE III

III. Matériels et méthodes.....	24
III.1. Matériel biologique	24
III.2. Matériel non biologique	24
III.3. Méthodes d'analyses	24
III.3.1. Caractérisation physico-chimique de la poudre d'écorces de grenade	24
III.3.2. Détermination du pH (NF V 05-101, 1974)	25
III.3.3. Détermination de l'acidité titrable (NF V79-101,1979).....	25
III.3.4. Détermination de la teneur en cendres (NFV79-101,1979).....	26
III.3.5. Détermination de l'indice de couleur	26

III.3.6. Répartition granulométrique des poudres.....	27
III.4. Propriétés fonctionnelles de la PEG.....	28
III.4.1. Capacité de rétention d'eau (CRE).....	28
III.4.2. Capacité de rétention d'huile (CRH).....	28
III.4.3. Activité émulsifiante (AE) et stabilité de l'émulsion (SE).....	28
III.5. Propriétés physiques des matières premières d'encapsulation.....	29
III.5.1. Masse volumique.....	29
III.5.2. Point de fusion de la cire d'abeille par la méthode du tube capillaire.....	29
III.5.3. La densité.....	30
III.6. Essais d'encapsulation PEG/MG (ratios 1 :1 et 1:2).....	30
III.6.1. Rendement d'encapsulation (EE%).....	31
III.6.2. Préparation de yaourt enrichi de PEG.....	31
III.6.3. Préparation de yaourt.....	31
III.6.4. Test de dégustation (Friedmann).....	32
<u>CHAPITRE IV</u>	
IV. Résultats et discussion.....	33
IV.1. Caractéristique physico-chimiques d'écorces de grenade.....	33
IV.1.1. Teneur en eau et en volatils.....	33
IV.1.2. Le pH.....	33
IV.1.3. L'acidité titrable.....	34
IV.1.4. Taux de cendres.....	34
IV.1.5. L'indice de couleur.....	34
IV.1.6. Répartition granulométrique des poudres.....	34
IV.2. Propriétés fonctionnelles de la poudre d'écorce de grenade.....	37
IV.3. Propriétés physiques des matières premières d'encapsulation (cire et beurre).....	38
IV.4. Vérification de l'encapsulation par émulsification sous microscope.....	39
IV.5. Classements des formulations yaourt selon le test de Friedman.....	40
Conclusion.....	42
Références bibliographiques.....	43
ANNEXE I : Manipulations de la PEG et de la PEGE	
ANNEXE II : Test organoleptique	

Liste des tableaux

Tableau 1:Composition phénolique du pur jus de grenade	4
Tableau 2 : Composition nutritionnelle de grenade (fruit)	5
Tableau 3 : Données quantitatives sur les essais d'encapsulation.....	30
Tableau 4 : Formulations du yaourt enrichi en PEGE.....	31
Tableau 5 :Résultats des analyses physico- chimiques des écorces de grenade.....	33
Tableau 6 : Résultat des propriétés fonctionnelles de la PEG.....	37
Tableau 7 : Résultats des points de fusion de la cire d'abeille et du beurre	38
Tableau 8 : Résultats du calcul des critères de Friedman.....	41

Liste des figures

Figure 1 : Image MEB d'une Microcapsule.....	10
Figure 2: <i>Schéma de principe du procédé de microencapsulation par coacervation complexe</i>	13
Figure 3: <i>Comportement d'un coacervat (3) vis-à-vis une phase liquide non miscible (1)</i>	15
Figure 4 : <i>Schéma de principe du procédé de microencapsulation par évaporation de solvant.</i>	16
Figure 5 : <i>Schéma de principe du procédé d'encapsulation par gélification thermique (hot melt).</i>	16
Figure 6: <i>Etape de formation d'un film d'enrobage par spraycoating sur des particules solides</i>	18
Figure 7 : Courbe granulométrique simple et cumulée de la PEG	35
Figure 8 : Courbe granulométrique de la PEG préparée	36
Figure 9 : Observation sous microscope de l'émulsification- cas des mélanges (2 :1).....	39
Figure 10 : Image sous microscope de la PEG brute.....	39
Figure 11 : Histogramme EE% des différentes préparations PEG/cire/beurre.....	40

Liste des abréviations

AE: Activité d'émulsion
AFSSA : Agence française de sécurité sanitaire des aliments
At :Acidité titrable
CD: Teneur en cendres
CRE: Capacité de rétention d'eau
CRH:Capacité rétention d'huile
DO: Densité optique
E/H: Emulsion eau/huile
EE : Efficacité d'encapsulation
H/E:Emulsion Huile /eau
H: Humidité
meq/g : milliéquivalent par gramme
MG : Matière grasse
MO: Matière organique
MP: Matière première
MS: Matière sèche
PEG: Poudre d'écorces de grenade
PEGE : Poudre d'écorce de grenade encapsulée
PF: Point de fusion
SE: Stabilité de l'émulsion

Introduction

Les fruits du grenadier (*Punica granatum*) ainsi que ses graines, son écorce et ses fleurs sont utilisés depuis très longtemps par différentes civilisations anciennes qui leur ont attribués plusieurs vertus.

Les études modernes montrent que le régime alimentaire est le moyen le plus évident pour maintenir le corps en bonne santé et prévenir contre les différentes maladies, parmi les fruits qui présentent des propriétés nutritives très intéressantes on peut citer la grenade, en effet elle possède des effets antioxydants très élevée ainsi que plusieurs propriétés thérapeutiques en relation avec la composition riche en tanins et en polyphénols.

Une partie de ces composée chimique se trouve en outre dans l'écorce et les pépins qu'on considère comme déchets, l'étude et l'évaluation de ces derniers ont été récemment un sujet intéressant pour les scientifiques qui ont démontré leur efficacité dans la prévention et la lutte contre les maladies chroniques les plus fréquentes.

L'écorce de grenade a été ainsi utilisée dans plusieurs produits alimentaires ou il a été démontré que l'extrait de la poudre de l'écorce de grenade (PEG) peut être considéré comme monocyto-gènes, avec un effet bactéricide avéré (Hasmik, 2012)

L'astringence limite par contre son utilisation dans les produit alimentaire, des solutions technique comme la microencapsulation sont des techniques envisageables qui offrent la possibilité de réduire ces effets gênants en utilisant un enrobage des principes actifs ou des particules par des membranes protectrices (Vandamme et al ., 2009).

Dans cette étude nous nous somme intéressé à la micro encapsulation de la PEG par émulsification, afin de préserver les polyphénols et d'adapter ce matériau précieux aux usages alimentaires. Pour se faire nous avons procédé à l'élaboration des microcapsules de la PEG, puis à l'évaluation de l'efficacité de la micro-encapsulation et enfin l'étude de la stabilité des microcapsules dans le yaourt, une matrice vivante, fermenté et acide.

Le travail se divise en deux grandes parties :

La partie bibliographique qui aborde des généralités sur les grenades, l'encapsulation et les émulsions.

La partie pratique qui s'intéresse à la mise en œuvre d'une encapsulation de la poudre d'écorce de grenade et les essais de contrôle de cette dernière (matériel et méthodes puis résultats et discussion)

Et en dernier un essai d'incorporation dans un yaourt brassé avec un test hédonique.

I.1. Généralités sur la grenade

I.1.1. Historique

Depuis de milliers d'année, la grenade, *Punica granatum*, ses fruits ainsi que ses grains, son écorce et ces fleurs, sont utilisés, au Moyen-Orient et en Asie, régions dont cet arbuste est originaire, pour leurs propriétés médicinales. Prescrit de façon empirique dans les médecines traditionnelles pour soigner les maladies gastro-intestinales et les affections parasitaires, le grenadier fait son apparition dans la pharmacopée française en 1818.

Le grenadier fait l'objet, depuis une dizaine d'années, d'un regain d'intérêt, tant sur un plan médicale et pharmacologique que pour des objectifs cosmétologiques. En effet, sa richesse particulière en micronutriments dotés de propriétés potentiellement intéressantes pour la sante lui confère un atout non négligeable, dans les stratégies de prévention du développement des principales maladies chroniques. En effet, la consommation de grenade est envisagée dans le cadre de la prise en charge de certaines pathologies telles que les maladies cardiovasculaires (effets antiathérogènes)(**Aviram et al.,2000**), le diabète (**Mcfarlin et al.,2009**),le dysfonction érectile ,l'hygiène buccale et même pour les cancers du sein, de la prostate et du colon du fait de son activité chemo-préventive (**Malik et al., 2005**).

I.1.2. La grenade

Le grenadier est un arbre ou un arbuste buissonnant de 2,5m de haut, légèrement épineux, au feuillage caduc et au tronc tortueux. La grenade est le fruit du grenadier (*Punica granatum*) de la famille de lythracées, c'est une baie ronde, de la taille d'une pomme ou d'une orange de 8 à 12 cm de diamètre. Très colorée, généralement de couleur rouge vif, blanc jaunâtre, ou jaune foncé marbrée ou encore violet très foncé, selon l'espèce et le degré de maturité du fruit, les graine du fruit, qui constituent la partie comestible, sont enveloppées dans des loges séparées par des cloisons ténues et membraneuses de couleur blanche jaunâtre.

Le grenadier est originaire d'Iran et d'Afghanistan, où il croit de façon spontanée depuis plus de 4000 ans, c'est grâce aux perses que le grenadier fut implanté en occident, sur les pourtours du bassin méditerrané, de l'Europe et de l'Afrique du Nord. Aujourd'hui, il est cultivé dans les zones climatiques chaudes et sèches sur tous les continents.

I.1.3. Composition du fruit du grenadier

Le fruit à une enveloppe coriace contenant de très nombreuses graines ex albuminées à tégument charnu, de couleur rose (certains cultivars donnent des fruits sucrés consommés frais, d'autres des fruits acides).

La partie comestible est formée de l'arille, l'enveloppe charnue rouge entourant les graines. Les jus de grenade commerciaux sont obtenus en pressant le fruit entier, avec sa peau. Le **tableau 1** donne les composés phénoliques du jus de grenade, exception faites des procyanidines B1 et B2 dont les concentrations sont mesurées dans le jus d'arilles. Le jus de grenade contient des flavanols (catéchines) comme les cerises ou les prunes mais en moins grande quantité sont aussi présents les dimères de flavanols (des procyanidols) en petites quantité.

La coloration rouge des grenades vient de la présence d'anthocyanosides, des pigments naturels appelés aussi anthocyanes, le rouge vif typique des grenades résulte d'une combinaison du 3-glucosides et 3,5-diglucosides de delphinidol, cyanidol et pélargonidol. La peau du fruit est très riche en ellagitanins (glucose lié à plusieurs acides taniques) et gallotanins (glucose lié à plusieurs acides galliques).

Tableau 1:Composition phénolique du pur jus de grenade

Acides-phenols	mg/100g mf	Acide hydroxycinnamiques :	mg/100g
Acide hydroxybenzoïques :			
Acide ellagique	2,06	Acide 5-caféylquinique	0,12
Glucoside d'Acide ellagique	3,97	Acide caféique	0,07
Acide gallique	0,45	Acide O-coumarique	0,01
Galloyl glucose	4,81		
Punicalagine	43,60		

mf: phenol-explpomegranatejuice ([http:// www.phenol-explorer.en](http://www.phenol-explorer.en))

I.1.3.1. Valeur nutritionnelle de la grenade

La grenade est une bonne source de fibres alimentaires et est une très bonne source de vitamines, la partie comestible de la grenade représente environ 50 % du poids total d'une grenade dont 80% sont les arilles (partie charnue) et 20 % les pépins (partie ligneuse).

La composition des graines de grenade est la suivante : eau (85 %),sucre (10 %),principalement fructose et glucose, acide organique (1.5 %) essentiellement acide ascorbique, citrique, composés bioactifs tels que les poly phénols et les flavonoïdes (essentiellement les anthocyanines) (Calinet al.,2005).

En outre, les graines de grenade sont une source importante de lipide, car les pépins ont une teneur en acide gras qui oscille entre 12 et 20% de leur poids total (poids sec) (Calinet al.,2005). Dans le tableau suivant, se trouvent résumées les valeurs nutritionnelles de la grenade pour 100 g de portion comestible. Les valeurs indiquées sont issues du fichier canadien sur les éléments nutritifs (Tableau 2).

Tableau 2 : Composition nutritionnelle de grenade (fruit)(L'official,2011)

Grenade fraiche,pulpe et pépins,valeur nutritive pour 100 g			
Eau :81g	Fibre :1 g	Valeur énergétique 74,2 kcal	Matières azotées :1,2 %
Protéines : 0,95 g	Lipides : 0,3 g	Glucides : 16,2 g	Sucres simple : 16,2 g
Sels minéraux et oligo-éléments			
Potassium :259 mg	Phosphore : 8 mg	Calcium :3 mg	Magnésium : 3 mg
Sodium :3 mg	Fer : 300 mg	Zinc : 120 mg	Cuivre : 70 mg
Vit c : 11,4 mg	Vit B1 :30µg	Vit B2 :30µg	Vit B3(ou pp) : 300µg
Bétacarotène :20µg	Rétinol :0 µg	Vitamine E :0,55 µg	Vit D :0 µg

Rf : Nutrition data (<http://Nutritiondata.self.com/facts/fruit-and-fruit-juices/2038/2>).

I.1.4. L'écorce de grenade

L'écorce du fruit de grenade est également appelée « malicorium ». Il s'agit de la partie dure du fruit. Elle est généralement utilisée séchée, sous la forme de morceaux brunâtres ou vert rougeâtre à l'extérieur, un peu verruqueux, brillants sur la face intérieure concave, portant souvent l'empreinte des graines qui y étaient appliquées.

Ces fragments sont de consistance coriace. Ils sont formés d'un parenchyme de cellules à parois minces, au milieu desquelles on distingue des groupes de cellules pierreuses et des faisceaux fibro-vasculaires. La saveur de l'écorce de grenade est amère et astringente (Planchon et Collin, 1875)

I.2. Utilisation traditionnelles de l'écorce de grenade

I.2.1. Usage médicinal de l'écorce de grenade

Le grenade est utilisée depuis des centaines d'années en médecine traditionnelles, pour diverses maladies, tels que les maladies de la peau, les vers parasites, la fièvre, les diarrhées, et les infections microbiennes. Cette diversité est due à des propriétés qui lui sont attribuées et qui laisse penser que cet arbre est une véritable pharmacie.

I.2.1.1. Usage empirique et traditionnels à travers le temps

Les Egyptiens, au VIII^{ème} A J.-C.

De l'écorce de grenade, les médecins traditionnels égyptiens la considéraient comme anthelminthique et mettaient à profit l'effet astringent des tanins contenus dans l'écorce, la fleur et fruit du grenadier.

Ainsi, le tanin des fruits aigres était prescrit comme fébrifuge et antivomitif, celui des fruits sucrés comme adoucissant pour la toux.([http :www.boitearecettes.com](http://www.boitearecettes.com)).

Hippocrate, célèbre médecin grec, né vers 460 avant J.-C., considéré comme le père de la médecine, attribue au grenadier de nombreuses propriétés. Il recommande le jus de la grenade contre la fièvre et comme « fortifiant contre la maladie ».

Aussi, dans la partie de son œuvre des maladies des femmes, il fait régulièrement référence au grenadier, par exemple, pour des maux liés à la maternité comme pour favoriser la conception, pour « la purgation lochiale après l'accouchement », pour traiter des diarrhées ou des « souffrances de l'utérus »après un accouchement, etc.

D'autres problèmes féminins semblent nécessiter l'emploi du grenadier, comme le traitement de la leucorrhée ou l'emploi de boisson à base de jus de grenade pour « favoriser l'écoulement rouge ».

Selon les maux à traiter, Hippocrate conseillera, associé à d'autres produits, le jus de grenade, l'écorce, la racine ou les feuilles du grenadier, parfois en boisson, en injection ou en lavement dans les parties génitales, ou encore en application locale.

Dans le même ouvrage, il conseille le jus de grenade pour arrêter les vomissements et pour « l'œil douloureux qui pleure ». Aussi, il recommande l'usage de l'écorce sèche de grenade comme lavement pour la dysenterie (<http://Remacle.org/bloodwolf>).

De l'Afrique du Nord jusqu'en Inde, le jus de grenade, couramment utilisé dans les médecines indigènes, a la réputation d'accroître la fécondité et d'être un antidote à la stérilité ([http :www.boitearecettes.com](http://www.boitearecettes.com)).

La pharmacopée et la médecine traditionnelle chinoise font aussi référence à la peau séchée de la grenade, elle est reconnue pour ses propriétés astringentes pour l'intestin, pour «arrêter le sang et pour chasser les parasites». Le malicorium est ainsi indiqué en cas de diarrhée chronique, dysenterie chronique, présence de sang dans les selles, prolapsus rectal, spermatorrhée, hyperménorrhée, pertes blanches, accumulation de parasites, douleurs

abdominales et dermatophytie. La peau séchée de la grenade est alors utilisée en décoction, à raison de 2,8 à 5g par jour, ou en usage externe, en lavage local avec la décoction ou application de poudre de peau de grenade séchée. L'usage de la racine de grenade est également retenu. A raison de 7 à 14g par jour de décoction de racine, on traite les diarrhées chroniques, les dysenteries chroniques et les pertes blanches ou hémorragiques.

Enfin, la pharmacopée chinoise fait référence aussi à la fleur de grenade, pour soulager les épistaxis, otites et hémorragies, il est alors conseillé, en usage interne, de consommer de 3,5 à 7g par jour de décoction de fleur. Ces fleurs peuvent aussi être employées en application locale (Guillaume et Mach-Chieu, 1987).

Les graines de la grenade faisant penser à des dents par leur aspect et leur disposition dans la pulpe du fruit, il était donc conseillé d'en croquer contre le mal de dents.

Le jus de grenade rouge comme le sang, déjà utilisé par les herboristes du moyen âge, était recommandé contre les troubles de la circulation et pour arrêter les hémorragies ([http : www.boitearecettes.com](http://www.boitearecettes.com))

Ainsi, au XIX^{ème} siècle, les fleurs et l'écorce du fruit du grenadier sont connues pour être toniques et astringentes. On les emploie, en usage interne, pour traiter la diarrhée et la dysenterie quand la période d'irritation est dissipée, ainsi que dans les hémorragies passives, les écoulements muqueux avec atonie, la leucorrhée et la blennorrhée.

On se sert également de ces fleurs et des écorces, en usage externe, sous forme de gargarismes, afin de soigner le gonflement atonique des amygdales, ainsi que le relâchement de la luette et des gencives, ces mêmes parties du grenadier, utilisées en lotion ou en injection, lutteraient contre le relâchement de la muqueuse du vagin, la chute de rectum, l'œdème des extrémités et les engorgements articulaires à la suite d'entorse ou de luxation, sont aussi utilisées les feuilles, fraîches ou sèches qui donnent une tisane tonique agréable, utilisée contre « la débilité de l'estomac », le manque d'appétit, la faiblesse générale, l'anémie, les courbatures dans les convalescences, les diarrhées chronique et les frissons fébriles. Ces mêmes feuilles peuvent, semble-t-il, être à l'origine d'une constipation (Cazin, 1868 ; Qnais et al. 2007).

I.3. Synthèse des travaux antérieurs sur l'écorce de grenade au sein de l'UMBB

2010- 2011 : Présenté par M^{lle} Sidoummou N. a porté sur la caractérisation physico-chimique et l'évaluation des activités biologique du mélange « miel- écorce de grenade », les résultats montrent que les écorce de grenade sont riche en minéraux et en résidu soluble sec et que le miel possède des teneurs en sucres, en proline intéressantes. L'extraits d'écorce de grenade et ceux des mélanges au miel, présentent un rendement très important en composés phénoliques, l'évaluation des activités biologiques des extraits a révélé un effet antioxydant important et une activité antimicrobienne prometteuse.

2014-2015 : Median A. et Guerhli A. 2015. Essais de caractérisation et d'incorporation des poudres d'écorce de grenade dans une matrice alimentaire type L'ben et boisson bitter. Mémoire de Master, Département technologie alimentaire, FSI, université M'hamed Bougara, Boumerdes.

2015-2016 : Un travail présenté par Benyahai H. et Hadbi F. a porté sur la microencapsulation de la poudre de l'écorce de grenade (PEG) par coacervation complexe (pectine/caseine) essai d'incorporation dans le yaourt étuvé, le travail s'intéresse à la microencapsulation de la poudre des écorces de grenade, la technique a été réalisé par un complexe de polymère avec deux ratio (PEG ;polymère 1 :1 et 1 :2), les résultats obtenus montrent que les microcapsules sont présentées sous forme d'agglomérat, le teste sensoriel préliminaire a démontré que l'astringence a été sensiblement masquée pour le yaourt enrichi par la PEGE (1 :2).

II.1. Généralités sur la micro-encapsulation

II.1.1. Historique et définition de la micro-encapsulation

La micro encapsulation se définit comme le procédé par lequel on enferme des matières solides, liquides ou gazeuses dans des microcapsules qui libèrent leur contenu de façon contrôlée sur une période de temps prolongée (**Champagne et Fustier, 2007**). Cette technique a été développée pour la première fois dans les années 50 pour la fabrication du papier autocollant (**Madene et al., 2006**). Elle a par la suite été utilisée pour masquer le goût désagréable de certains ingrédients ou tout simplement transformer des substances liquides en solides. De nos jours, elle sert à la protection de différentes molécules telles que les huiles, les colorants, les composés aromatiques, les vitamines, les minéraux et les microorganismes vivants.

Au cours des deux dernières décennies, la micro-encapsulation a reçu une attention croissante dans divers domaines de la recherche fondamentale (pharmaceutique, chimique, cosmétique et alimentaire) et les applications industrielles. Toutefois, le concept de libération contrôlée de l'ingrédient encapsulé au bon endroit et au bon moment est devenu un critère à considérer. Ce critère permettrait d'améliorer l'efficacité des additifs, d'élargir le domaine d'application de ces substances et d'assurer un dosage optimal (**Gouin, 2004; Madene et al., 2006**).

Parmi les autres avantages que procure la micro encapsulation, on peut citer :

- Empêcher l'exposition des substances à des facteurs défavorables (oxydation, chaleur, acidité, humidité)
- Préserver les propriétés fonctionnelles des agents actifs encapsulés
- Ralentir le transfert de substances encapsulées à l'extérieur de la matrice (**Desai et Park, 2005**).

Les ingrédients à revêtir sont dénommés noyau, phase interne ou encapsulât tandis que la couche qui forme la microcapsule se nomme paroi, capsule, phase externe ou membrane. L'enveloppe de la capsule peut être constituée d'une seule ou de plusieurs membranes dans lesquelles peuvent être insérés plusieurs noyaux. Les capsules sont généralement de formes sphériques mais des formes irrégulières peuvent aussi être retrouvées dépendamment du type de revêtement, de la méthode d'encapsulation et du produit à encapsuler. La surface des capsules peut être lisse ou rugueuse et leur taille varie largement, généralement d'un micron à quelques millimètres (**Saraf et al., 2007**). Ainsi, le préfixe « nano » est employé pour des

tailles variant de quelques nanomètres à un micromètre, tandis que le préfixe « micro » est utilisé pour représenter des tailles pouvant aller jusqu'à mille micromètres (**Vandamme et al., 2007**).

La libération des substances encapsulées peut se produire sous l'effet d'un solvant, suite à la dissolution ou la rupture de la capsule, ou par diffusion contrôlée. Ce dernier effet est commandé par un gradient de concentration et de forces d'attraction intermoléculaires (**Bertolini et al., 2001**).

La micro-encapsulation peut produire des microcapsules ou des microsphères, un exemple de microcapsule est montré sur la figure 1.

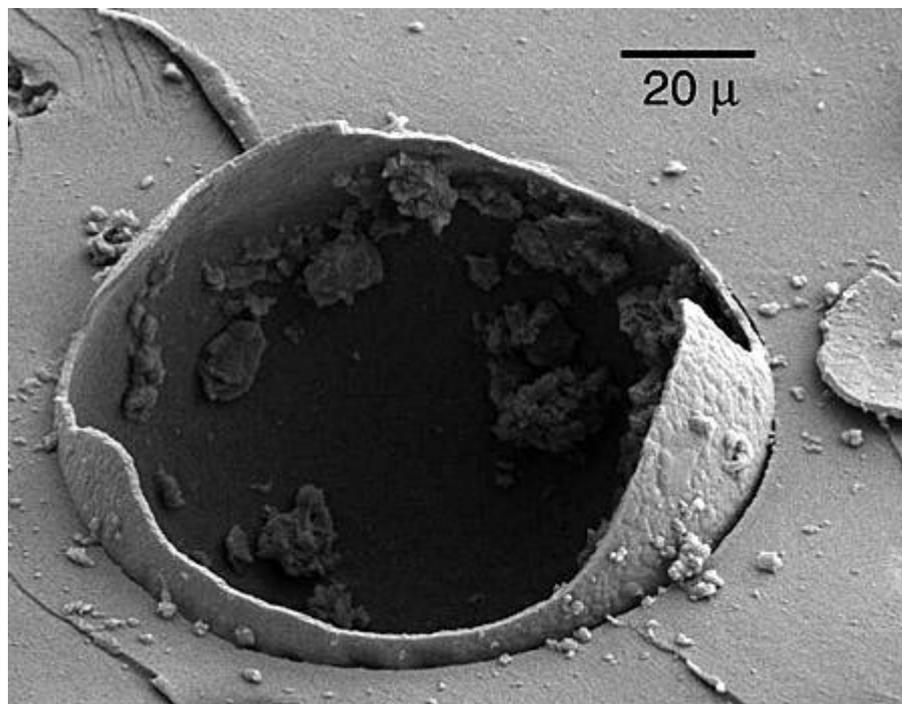


Figure 1 : Image MEB d'une Microcapsule

La différence entre microcapsule et microsphère est que dans la première le principe actif est réparti en une grosse poche alors qu'il est séparé en une multitude de petites poches dans la microsphère. La formation d'une microcapsule ou d'une microsphère va être déterminée par la nature des composés à encapsuler et par la technique mise en œuvre pour les encapsuler.

La libération déclenchée du principe actif de la microcapsule peut se faire de plusieurs manières, par des contraintes physiques telles que la chaleur ou la pression, par une action biologique par le biais d'enzymes ou par des contraintes chimiques comme la dissolution. Quant à la libération contrôlée du principe actif, elle s'appuie sur la porosité ou la dégradation

progressive de la capsule. En définitif, la micro-encapsulation est une technique permettant d'emprisonner une molécule pour la libérer dans un endroit ciblé à un moment voulu.

II.1.2. Applications de la micro-encapsulation

La technique de la micro-encapsulation peut être appliquée à de nombreux domaines tels que la cosmétique, la pharmacie, la signalétique ou encore la détergence. Cependant, la plupart de ces domaines peuvent intégrer le textile, ce qui apporte des innovations très utiles dans ce domaine. Ainsi la micro-encapsulation peut se mêler à la :

- Pharmacie en utilisant les microcapsules pour libérer n'importe quel principe actif.

-La cosmétique en micro encapsulation du parfum ou des crèmes hydratantes. Cette technique permet ainsi à ses utilisateurs de garder une bonne odeur toute la journée en libérant du parfum ou de s'hydrater pour les sujets à peau sèche.

- La signalétique en permettant de faire des bandes réfléchissantes très utiles pour faire des habits de sécurité tels que les gilets jaunes, maintenant obligatoires pour les cyclistes et les automobilistes en panne la nuit, ou encore pour les uniformes de travail des ouvriers de nuit. Les bandes réfléchissantes ainsi utilisées contiennent des microcapsules dans lesquelles est enfermé un pigment photochrome qui réagit avec la lumière pour leur donner une grande capacité réfléchissante.

- La micro encapsulation textile permet également d'emmagasiner les excès de chaleurs pour les restituer lors d'une chute de température du corps. La micro encapsulation permet déjà la fabrication de textiles thermochromes et anti UV, ces derniers étant une découverte primordiale pour les sujets atteints de la « *Xerodermapigmentosum* », plus connus sous le nom d' « enfants de la lune ».

II.2. La micro-encapsulation en industrie alimentaire

Shahidi et han (1993), ont proposé six raisons pour l'application de la micro encapsulation en industrie alimentaire :

- Réduction de la réactivité des composants avec les facteurs du milieu environnant, elle permet la séparation de différents agents réactifs dans des formulations de catalyseurs, d'enzymes, d'oxydants.

- Diminuer le pourcentage de transfert des composants vers l'environnement extérieur, tel les huiles essentielles, les arômes, ce qui participe à prolonger leur durée de conservation.

- Ciblage de l'activité ou de la libération des bioactifs.

- Contrôler la libération prolongée du principe actif et/ou de composés bioactifs.
- Masquer et préserver le goût ou la flaveur des composés bioactifs incorporés dans les aliments.

II.3. Les Enjeux : avantages et inconvénients

Avantages

- Elle permet de diffuser sans action supplémentaire des produits qui se trouvent dans les microcapsules ou les microsphères, On peut choisir la vitesse à laquelle le produit peut être diffusé en fonction de la composition de leur coque. En effet les microcapsules, composées d'une seule cellule de contenance, permettent de diffuser directement le produit alors que les microsphères, composées de plusieurs cellules de contenance, permettent de diffuser le produit au fur et à mesure.

- La micro-encapsulation utilisée dans les domaines du bâtiment, de la sécurité, du traitement de surface, de l'automobile mais aussi dans les différents procédés industriels.

Inconvénients

- Certaines capsules perdent de leurs effets au bout d'un certain temps et donc perdent de leur efficacité ou ne sont plus actives.

- Fragilité des microcapsules à la manipulation

Enjeux

- La réduction des allergies que peuvent provoquer les différents produits utilisés pour les former ou encore les produits qui sont enfermés pour être diffusés.

- Faciliter la manipulation de ces microcapsules: en effet, il faut avoir des machines sophistiquées pour les manipuler afin de ne pas les abimer.

- Améliorer le stockage des produits dans la coque pour améliorer la diffusion du produit ou la résistance à l'érosion. Cela permettra peut-être un jour d'avoir des microcapsules qui pourront diffuser un produit pendant très longtemps sans que cette dernière soit abimée par les différentes conditions du milieu.

II.4. Procédés d'encapsulation physico-chimiques

Les procédés physico-chimiques sont basés sur les variations de solubilité et les conditions de précipitation des agents enrobant. Il s'agit par exemple de la précipitation contrôlée d'un polymère en solution, par ajout d'un non-solvant ou d'un polymère incompatible (coacervation).

Les autres méthodes se basent sur la variation de la température de la solution (évaporation du solvant) ou sur le changement d'état, comme la solidification des agents enrobant (gélification thermique d'émulsions).

II.4.1. Microencapsulation par coacervation complexe

La coacervation complexe est une désolvatation simultanée de deux polyélectrolytes hydrosolubles portant des charges opposées en provoquant par une modification de pH du milieu aqueux. En effet, la structure du coacervat est complexe puisqu'elle comprend deux polymères. Le procédé de microencapsulation par coacervation complexe se déroule de la façon suivante (figure 2) :

- Dans un premier temps, le produit à encapsuler (sous forme liquide ou solide) est dispersé dans une solution aqueuse contenant les deux polymères (phase a).
- Dans un deuxième temps, la coacervation est induite par un ajustement du pH de la solution, de façon que les charges positives du premier polymère équilibrent les charges négatives du second (phase b). L'attraction électrostatique des deux polyélectrolytes provoque l'apparition d'un coacervat mixte.
- Dans un troisième temps, les gouttelettes de coacervat formé viennent s'adsorber (phase c) à la surface de la matière active à encapsuler et former un enrobage continu (phase d). Finalement, cet enrobage est consolidé par réticulation (phase e) des macromolécules constitutives du coacervat (**Richard et Benoit, 2000**).

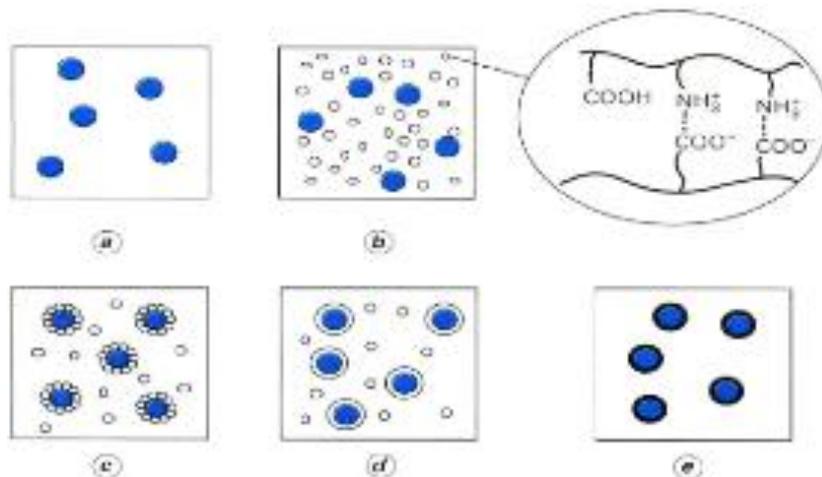


Figure 2: Schéma de principe du procédé de microencapsulation par coacervation complexe (**Richard et Benoit, 2000**).

Le polyélectrolyte chargé positivement qui est généralement utilisé est la gélatine de haut point isoélectrique (gélatine de type A telle que la gélatine de peau de porc). Les polyanions les plus souvent utilisés sont la gomme arabique, les alginates, les carraghénanes. La carboxyméthylcellulose, les polyphosphates et d'autres. Les particules obtenues sont des microcapsules. Leur taille varie de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres. Les taux d'encapsulation peuvent être très élevés, de l'ordre de 80%.

La microencapsulation par coacervation complexe est largement utilisée dans de nombreux secteurs industriels. Dans le milieu pharmaceutique, cette technique est également mise en œuvre pour la microencapsulation dans la paraffine liquide, d'huiles essentielles utilisées en aromathérapie (**Richard et Benoit, 2000**).

II.4.2. Micro encapsulation par coacervation simple

La coacervation simple se rapporte aux procédés faisant intervenir la désolvation d'un seul polymère par l'un des facteurs suivants : abaissement de température, addition d'un nonsolvant, addition d'électrolytes, addition d'un deuxième polymère incompatible. Ce phénomène peut se dérouler en milieu aqueux ou organique. Les étapes du procédé sont en tous points identiques à celles décrites pour la coacervation complexe. Les particules obtenues sont généralement des microcapsules. Toutefois, dans certains cas, le procédé par coacervation simple permet d'obtenir des microsphères. C'est le cas lorsque la proportion de substance active est faible par rapport au volume du coacervat. La taille des microparticules obtenues ainsi que la teneur en matière active sont semblables à celles résultant du procédé par coacervation complexe (**Richard et Benoit, 2000**).

II.4.3. Procédé basé sur la séparation de phase

La coacervation est le phénomène de désolvation des macromolécules, conduisant à une séparation de phases au sein d'une solution. A l'issue de la coacervation, deux phases sont présentes dans le milieu :

- Le coacervat : Riche en polymère et pauvre en solvant ;
- Le surnageant : Pauvre en polymère et riche en solvant.

Si, dans le même temps, une matière active est dispersée dans ce milieu, sous forme de gouttelettes par exemple, le coacervat formé pourra l'encapsuler si les conditions d'étalement des phases en présence sont respectées.

La figure 3 représente trois situations possibles: Cas où une encapsulation complète aura lieu, partielle, ou pas d'encapsulation, (l'encapsulation est complète si le coacervat mouille spontanément la surface de la matière active, c'est-à-dire lorsque $S_3 > 0$, $S_2 < 0$ et $S_1 < 0$) (Richard et Benoit, 2000).

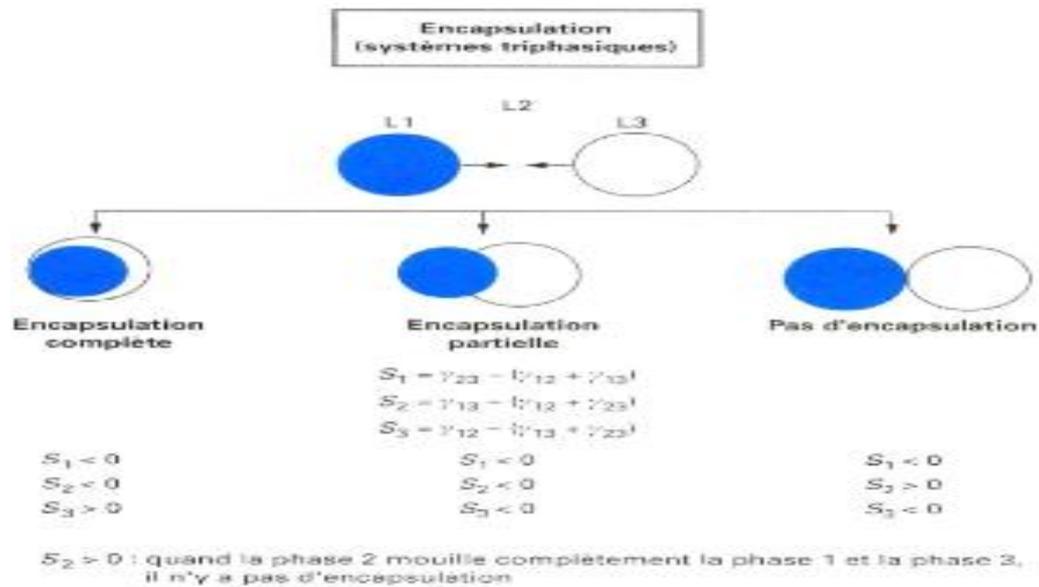


Figure 3: Comportement d'un coacervat (3) vis-à-vis une phase liquide non miscible (1) (Richard et Benoit, 2000).

II.4.4. Procédés d'évaporation et d'extraction de solvant

La méthode de microencapsulation par évaporation de solvant repose sur l'évaporation de la phase interne d'une émulsion sous agitation. Les étapes sont résumées comme suit: Initialement, le matériau d'enrobage, généralement un polymère hydrophobe, est dissous dans un solvant organique volatil. La molécule active à encapsuler est alors soit dissoute, soit dispersée dans la solution organique.

- La phase organique est émulsionnée sous agitation dans une phase aqueuse, contenant un agent tensioactif.
- Une fois l'émulsion établie, le solvant organique diffuse, progressivement, dans la phase continue sous agitation pour s'évaporer, laissant le polymère précipiter sous forme de microsphères (Figure 4).

Ce procédé permet la fabrication de microsphères de taille entre 0,5 et 200 micron. Le rendement de production peut aisément s'approcher de 100 % (Richard et Benoit, 2000).

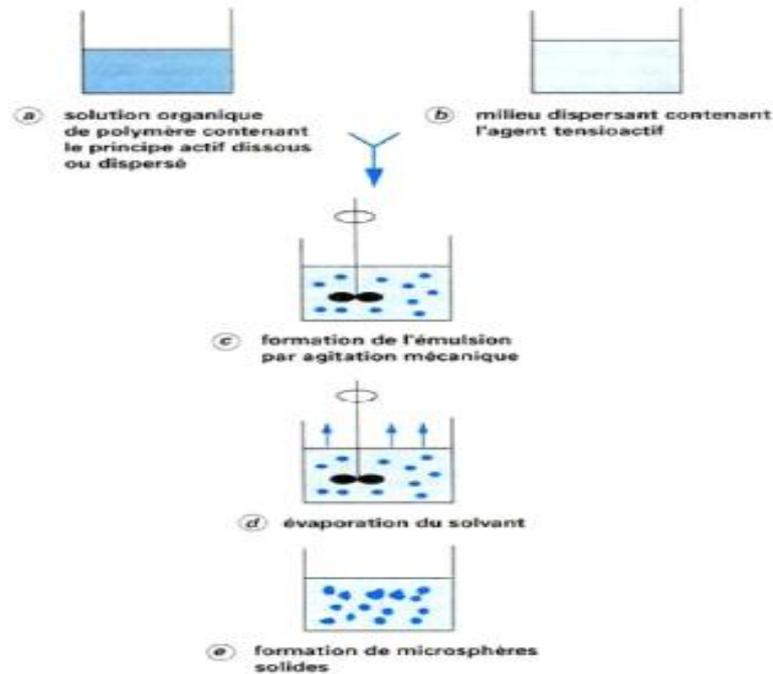


Figure 4 : Schéma de principe du procédé de microencapsulation par évaporation de solvant (Richard et Benoit, 2000).

II.4.5. Microencapsulation par gélification thermique

Ce procédé, encore appelé *hot melt*, repose sur la fusion du matériau d'enrobage. La matière active à encapsuler est dissoute ou dispersée dans ce matériau fondu. L'ensemble est émulsionné dans une phase dispersante, dont la température est maintenue supérieure à la (TF) de l'enrobage et pour laquelle la matière active n'a aucune affinité: il s'agit d'eau distillée lorsque la substance à encapsuler est lipophile, et d'huile de silicone, par exemple, lorsqu'elle est hydrosoluble. La solidification des globules dispersés est obtenue en refroidissant brutalement le milieu (Figure 5) (Richard et Benoit, 2000).

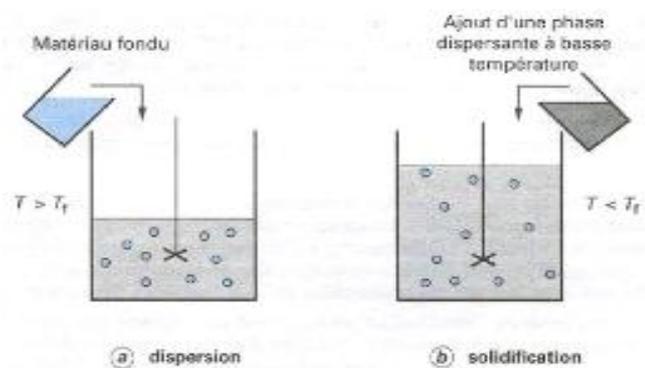


Figure 5 : Schéma de principe du procédé d'encapsulation par gélification thermique (*hot melt*) (Richard et Benoit, 2000).

Comme de nombreuses substances actives sont thermolabiles, les matériaux supports généralement utilisés dans ce procédé de microencapsulation sont des lipides de bas point de fusion. Les particules obtenues sont ici des microsphères d'une taille pouvant aller généralement de 30 à 300 micron. La teneur en matière active est de l'ordre de 20 % (**Richard et Benoit, 2000**).

II.5. Procédés mécaniques

II.5.1. Procédé de nébulisation/séchage

Le procédé de nébulisation/séchage est un procédé continu en une seule étape qui permet de transformer une formulation liquide initiale en une forme microparticulaire sèche. La formulation liquide initiale peut être constituée :

- Soit d'une solution de matière active et de matériau enrobant ;
- Soit d'une dispersion de particules solides de matière active dans une solution ou une émulsion de matériau enrobant ;
- Soit encore d'une émulsion de matière active dans une solution de matériau enrobant.

Ce procédé comprend les 4 étapes séquentielles suivantes :

- Nébulisation de la formulation liquide initiale pour former un aérosol ;
- Mise en contact de l'aérosol avec un flux d'air, porté à une température contrôlée ; -
- Séchage rapide de l'aérosol pour former des microparticules solides ;
- Séparation de la poudre de microparticules et de l'air contenant le solvant vaporisé.

Les microparticules obtenues par nébulisation-séchage (Le plus souvent des microsphères) sont d'une taille typiquement comprise entre environ 1 μm et 50 μm , pour un séchage à co-courant. Le séchage à contre-courant permet d'obtenir des microparticules de taille moyenne plus élevée, comprise entre environ 50 et 200 μm . Le taux d'encapsulation est limité à environ 40 % (en masse) (**Richard et Benoit, 2000**).

II.5.2. Procédé d'enrobage en lit fluidisé

Le procédé d'enrobage en lit fluidisé s'applique exclusivement à des matières actives constituées de particules solides (granulés, cristaux). Des matières actives liquides peuvent néanmoins être encapsulées après absorption par des supports particuliers poreux. Le procédé permet de réaliser un enrobage continu de particules qui conduit donc à la production de microcapsules. Il comprend une séquence cyclique en trois temps :

- Fluidisation de la poudre de particules ;
- Pulvérisation du matériau enrobant sur les particules ;
- Séchage et filmification de l'enrobage.

Les formulations liquides qui sont pulvérisées sur les particules en mouvement dans le lit fluidisé sont des solutions ou des dispersions aqueuses ou organiques de polymères. Quand les gouttelettes de la formulation liquide pulvérisée rencontrent la surface des particules, la formation du film d'enrobage s'effectue en plusieurs étapes successives (Figure 6) :

- Contact microparticule-gouttelette ;
- Mouillage et étalement de la gouttelette sur la particule ;
- Séchage par évaporation du solvant et éventuellement pénétration dans la particule (**Richard et Benoit, 2000**).

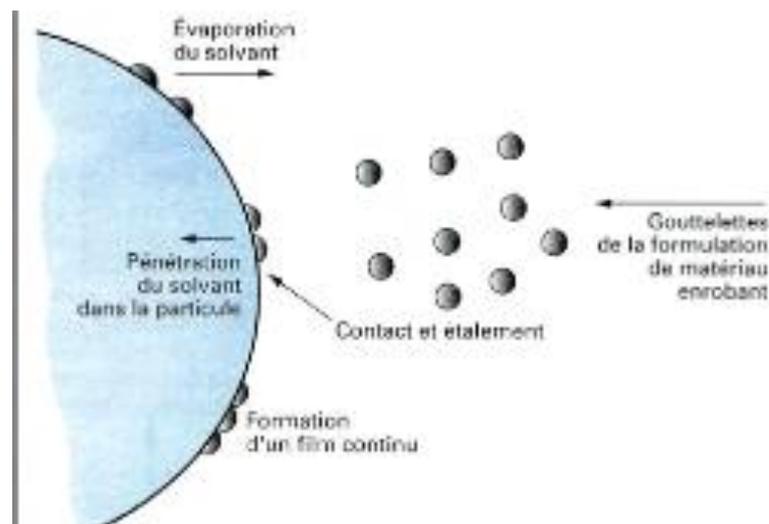


Figure 6: *Etape de formation d'un film d'enrobage par spraycoating sur des particules solides (Richard et Benoit, 2000).*

Les paramètres de procédé, qui doivent être maîtrisés et ajustés pour obtenir un tel enrobage, sont liés soit au séchage du film, soit à la pulvérisation de la formulation liquide. L'épaisseur des films d'enrobage déposés sur des particules en lit fluidisé est généralement comprise entre quelques micromètres et 20 μm . Le film devant être suffisamment épais pour masquer les défauts de surface. Le taux d'encapsulation est généralement élevé, compris entre 60 et 90 % (en masse) (**Richard et Benoit, 2000**).

II.6. Micro-encapsulation par les Émulsions

II.6.1. Généralités sur les émulsions

Une **émulsion** est un mélange de deux substances liquides non miscibles, l'une étant dispersée sous forme de petites gouttelettes dans l'autre. Ce sont toujours deux liquides qui ne se mélangent pas spontanément mais qui vont grâce à des opérations spécifiques (agitation, mélange, ajout de quelques principes actifs) adopter un aspect macroscopiquement homogène, mais microscopiquement hétérogène. L'une des substances sera donc dispersée dans la seconde, le mélange reste stable grâce à un troisième ingrédient appelé émulsifiant.

Une émulsion est un cas particulier de colloïde. Les deux substances liquides en présence sont appelées des phases. Une phase est continue. L'autre phase, discontinue ou dite dispersée. Les émulsions sont souvent composées d'une phase aqueuse, semblable à de l'eau, et d'une phase huileuse, semblable à de l'huile.

Une émulsion huile dans eau (H/E ou O/W pour *oil in water*) est composée d'une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse. Il s'agit d'une émulsion « directe », alors qu'une émulsion eau dans huile (E/H ou W/O pour *water in oil*) est composée d'une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse. Une émulsion E/H est plus grasse au toucher, car le toucher correspond majoritairement à la nature de la phase externe. Une telle émulsion est dite « inverse ». On peut également trouver des émulsions multiples.

Selon la taille des particules qui les composent, les émulsions peuvent être classées en macro-émulsion, mini-émulsion et nano-émulsion. Les mots mini-émulsion et nano-émulsion sont utilisés pour désigner toutes les émulsions dont la taille des globules est inférieure à celle des macro-émulsions. Une mini-émulsion est généralement obtenue par ultrasonification ou par homogénéisation à haute pression.

Dans la vie quotidienne, de nombreux produits sont des émulsions. On peut noter les crèmes et autres cosmétiques, mais aussi la mayonnaise, le lait, des latex végétaux, en particulier, ceux de l'*hévea brasiliensis* (qui donne le caoutchouc naturel), la vinaigrette, l'aïoli, la sauce hollandaise et la sauce béarnaise, les crèmes hydratantes, etc.

II.6.2. Stabilité des émulsions

Les émulsions sont instables du point de vue thermodynamique, cependant elles peuvent être stables du point de vue cinétique sur une importante période, ce qui détermine leur durée de vie. Cette durée doit être mesurée, afin d'assurer la bonne qualité du produit pour le client

final (La stabilité d'une émulsion est sa capacité à conserver les mêmes propriétés au cours du temps).

Les déstabilisations peuvent être classées en deux phénomènes majeurs:

- Phénomènes migratoires par lesquels la différence de densité entre la phase continue et dispersée entraîne une séparation de phase gravitationnelle : pour les émulsions on a essentiellement du crémage, la phase dispersée moins dense que la phase continue poussant celle-ci à migrer vers le haut. Ces phénomènes sont réversibles.

- Phénomènes d'augmentation de taille par lesquels la taille des gouttes augmente

De manière réversible on parle de floculation ou irréversible on parlera de coalescence, mûrissement d'Ostwald.

Parmi les techniques d'analyse de la stabilité physique des émulsions l'analyse visuelle reste aujourd'hui le test le plus utilisé. L'échantillon est placé dans un contenant transparent et observé à l'œil nu à intervalle de temps régulier. Le temps de mesure est directement lié à l'application et il peut être de quelques minutes (vinaigrette) à plusieurs mois ou années (crème cosmétique). Si les observations visuelles mettent en évidence une variation de l'homogénéité (changement de couleur, séparation de phase, migration...) supérieur à un niveau acceptable, alors le produit est jugé comme instable et devra être reformulé ou soumis à un changement du procédé de fabrication.

Le rapport technique est résumé par l'ensemble des techniques disponibles pour suivre la stabilité physique des systèmes dispersés. Ce document présente les mécanismes de déstabilisation : variation de taille de particule, migration, inversion de phase, les outils de caractérisation (observation visuelle, diffusion de lumière avec ou sans résolution spatiale, acoustique et électroacoustique...), les méthodes d'accélération de la déstabilisation (accélération thermique par élévation de la température ou mécanique...) et la prédiction de la stabilité.

La déstabilisation des systèmes colloïdaux est un processus cinétique, quel que soit le test de stabilité choisi (observation visuelle, granulométrie, diffusion de la lumière, rhéologie, potentiel zeta...), l'évolution du ou des paramètres en fonction du temps doit être pris en compte. Le test de stabilité doit donc être répété dans le temps et à un intervalle régulier afin de détecter les variations inhabituelles par rapport à un produit jugé comme stable.

Le rapport technique, insiste sur l'intérêt d'analyser l'échantillon avec des techniques non destructives et présente les limites des méthodes d'accélération.

II.6.3. Méthodes d'accélération pour la prédiction de la durée de vie

Le processus cinétique de déstabilisation peut prendre du temps, d'où l'intérêt des techniques avec une plus grande sensibilité et les méthodes d'accélération. L'élévation de la température est la méthode la plus employée et permet une diminution de la viscosité et une augmentation des phénomènes de diffusion/collision. En plus d'augmenter les vitesses de déstabilisation, le stockage à température élevée permet de simuler les conditions de vie d'un produit manufacturé (lors du stockage et transport, les températures peuvent facilement atteindre 40°C). La température ne doit pas excéder une valeur critique et propre à chaque système (température d'inversion de phase, de dégradation chimique ou d'ébullition) rendant alors ce test non conforme aux conditions réelles.

D'autres techniques d'accélération peuvent être utilisées comme la centrifugation, mais doivent être prises avec précaution car les forces exercées sur le système peuvent engendrer des modifications des propriétés originelles de l'échantillon (changement de viscosité, modification du réseau du polymère, ségrégation des particules...) et donc fournir des résultats différents de la réalité (<https://fr.wikipedia.org/wiki/Émulsion>)

II.6.4. Encapsulation par émulsification

L'encapsulation des principes actifs, grâce aux émulsions doubles eau-huile-eau, permet par exemple de délivrer des substances, avec une grande précision spatiale Elle permet de modifier la distribution de certains médicaments dans l'organisme (ex : pour diminuer la toxicité rénale de l'Amphotéricine B).

La technologie d'encapsulation par émulsion

Pour permettre de rendre une émulsion stable dans le temps, il est nécessaire de réduire la taille des particules de la phase discontinue. Plus la taille recherchée sera petite, plus il faudra d'énergie pour l'obtenir. Il existe plusieurs appareils capables de réaliser une émulsion ; depuis l'agitateur jusqu'à l'homogénéisateur haute pression, en passant par le moulin colloïdal et le turbo émulsionneur. L'homogénéisateur haute pression est l'une des techniques permettant d'obtenir des tailles de particules les plus petites, puisqu'il peut obtenir des tailles inférieures à 500 nm.

Le principe est simple : une pompe à pistons plongeurs va pousser le fluide à émulsionner à travers un orifice réglable, appelé groupe homogénéisant. Plus l'orifice sera petit, plus la pression affichée sera élevée. Au passage de cet obstacle, le fluide subit différentes contraintes, telles que la turbulence, la cavitation, le cisaillement qui vont générer la dislocation des particules du fluide de la phase discontinue. Les homogénéisateurs à haute pression sont utilisés dans l'industrie laitière depuis la fin du XIX^e siècle (Inventeur Gaulin). D'autres industries utilisent aujourd'hui ces appareils, capables d'atteindre 1 500 bars en production continue (NiroSoavi) telle l'industrie des cosmétiques, l'industrie pharmaceutique et d'autres industries alimentaires (ingrédients, boissons, etc.). Les techniques micro-fluidiques permettent désormais d'obtenir des émulsions dont les tailles de gouttes sont mieux contrôlées.

II.7. Matériaux d'encapsulation

Le système d'encapsulation joue un rôle principal sur l'efficacité, la stabilité des microparticules et sur le degré de protection de la matière active. En général, les critères de choix des matériaux enrobants sont basés sur leurs propriétés physico-chimiques (stabilité, humidité, pH, oxydation), thermique et mécanique. L'encapsulation permet de modifier radicalement l'aspect du produit encapsulé ; elle masque le goût et l'odeur, change l'état de surface, la solubilité, la rhéologie ou l'état fondamental, comme par exemple la transformation des liquides ou des gaz en poudres fluides (**Lazkoet al.**,2004).

Suivant le procédé utilisé, le matériau d'encapsulation est constitué d'un ou de plusieurs polymères. L'avantage des systèmes enrobants polymérique (à base des polymères naturels ou synthétiques) réside dans la possibilité de fonctionnalisation des chaînes ce qui permet l'obtention de nouvelles propriétés telles que la résistance aux températures élevées et aux agents chimiques. En agro-alimentaire, les polymères doivent appartenir à une liste positive d'autorisation, être approuvés par le FDA ou l'AFSSA (Europe), comestible, non réactifs et souvent sans goût particulier, en plus d'un coût modéré (**Madene**, 2006).

Parmi tous les matériaux, les plus largement utilisés en micro encapsulation dans le domaine agro-alimentaire sont :

Les polysaccharides, l'amidon et ses dérivés, amylopectine, dextrine, maltodextrines, polydextrose, la cellulose et ses dérivés sont communément utilisés dans l'enrobage des ingrédients alimentaire hydrosolubles dans les aliments acides.

Les extraits de plantes-gomme arabic, gum karaya, galactomananes et pectines sont également utilisés occasionnellement, les extraits marins comme la carragenane et l'alginate sont aussi utilisés dans les aliments.

Les protéines sont appropriées pour l'encapsulation, tel que la caséine et les protéines de lactosérum, la gélatine et le gluten.

Les lipides sont convenables aux applications alimentaires, il y a les acides gras, les cires (cire d'abeilles), les glycérides et les phospholipides (**El-Abbassiet al.**,2016).

III. Matériels et méthodes

III.1. Matériel biologique

Les fruits de grenadier *Punica granatums* ont recueillis à maturité au début d'octobre une fois les fruits lavés et pelés, les graines sont séparées manuellement de l'écorce, les écorces sont ensuite séchées au soleil pendant 1 mois ensuite stockées. Un séchage supplémentaire de 1 à 2 heures à l'étuve est nécessaire avant leur broyage dans un broyeur jusqu'à l'obtention d'un poudre très fine qui sera tamisée sur un tamis de 200µm de diamètre des ouvertures. A la fin la poudre (PEG) obtenue est stockée dans des boîtes hermétiquement fermées à l'abri de la lumière.

III.2. Matériel non biologique

Les matériels non biologiques utilisés (verrerie, produits chimiques, réactifs, et appareils) sont : Agitateur magnétique et plaque chauffante, Bain marie, Balance analytique de précision (Sartorius) à 0,001g, Broyeur électrique, Centrifugeuse, dessiccateur, étuve (MEMMERT), four à moufle (NABERTHERM), pHmètre, dispositif bukner, rotavapeur, spectrophotomètre UV-VISIBLE (SCHIMATZU).

III.3. Méthodes d'analyses

La partie expérimentale porte sur les expériences suivantes :

- Analyses physico-chimiques de la poudre de l'écorce de grenade PEG.
- Elaboration des microcapsules PEG.
- Préparation de mélange (PEG/MG – matrice alimentaire type yaourt étuvé).
- Evaluation des mélanges.

III.3.1. Caractérisation physico-chimique de la poudre d'écorces de grenade

Détermination de la teneur en eau (NF V 05-105, 1974)

Le principe c'est l'évaporation de l'humidité (eau libre) existante dans la matrice par dessiccation à 103°C. La perte de poids traduira directement la quantité d'eau du produit.

Mode opératoire

Sécher des capsules vides préalablement lavées à l'étuve durant 15 min à 103 ±2°C. Les tarer après refroidissement dans un dessiccateur. Peser dans chaque capsule **1g** de poudre d'écorce de grenade et placer dans l'étuve réglée à 103±2°C pendant 1 heure. Retirer les

capsules de l'étuve et les placer au dessiccateur, après refroidissement les peser. L'opération est répétée jusqu'à obtention d'un poids constant.

Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée en pourcentage de masse, selon la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{(M1 - M2)}{P} * 100$$

Soit : H% : Humidité en %. M1 : Masse de la capsule avec la matière fraîche avant séchage en g. M2 : Masse de l'ensemble après séchage en g. P : Prise d'essai en g.

On déduit la matière sèche par la relation suivante :

$$MS (\%) = 100 - H(\%)$$

III.3.2. Détermination du pH (NF V 05-101, 1974)

Il est basé sur la détermination en unité pH de la différence de potentiel existant entre deux électrodes plongées dans une solution aqueuse d'écorce de grenade broyées.

Mode opératoire

L'opération consiste à mettre une quantité suffisante de poudre de la PEG dans un bécher et y ajoute trois fois son volume d'eau distillée, on chauffe le mélange dans un bain – marrie pendant 30 min en remuant de temps à autre avec une baguette en verre, ensuite le mélange est filtré et le pH mesuré, en prenant soins que l'électrode soit complémet immergée dans la solution.

Expression de résultats

La valeur du pH est lue en unités de pH sur l'échelle de l'appareil.

III.3.3. Détermination de l'acidité titrable (NF V79-101,1979)

3g de PEG sont placés dans une fiole conique avec 75 ml de l'eau distillée chaude récemment bouillie et refroidie, la fiole conique est adaptée à un réfrigérant à reflux afin de chauffer le contenu au bain marrie pendant 30 min, a température 80 C, après refroidissement, le contenu de la fiole est transvasé quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml et complété jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie, il est ensuite bien mélangé puis filtré. 50 ml du filtrat est prélevé pour la réalisation du titrage, introduire l'électrode du pHmètre. Titrer la solution sous agitation continue par une solution d'hydroxyde de sodium (0,1N).

Expression de résultats

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'équivalent de NaOH pour 100g d'acide citrique par la formule suivante :

$$A \left(eq. \frac{g}{100g} \right) = \frac{250 * V_1 * 100}{P * V_0 * 0,06}$$

Soit : P : La masse en gramme de poudre prélevée. V₀ : Le volume en ml de la prise d'essai (75ml). V₁ : Le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1N.

250 : Volume nominal de la solution.

100 : Facteur de conversion pour 100g de produit.

0,06 : Facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique.

III.3.4. Détermination de la teneur en cendres (NFV79-101,1979)

La méthode est basée sur la carbonisation à sec d'une quantité d'écorces de grenade, puis l'incinération de cette dernière à 550 ± 25°C dans un four à moufle jusqu'à obtention des cendres blanchâtres de poids constant.

Mode opératoire

Dans des capsules en porcelaines peser **1g** de poudre d'écorces de grenade, placer les capsules dans un four à moufle réglé à 550±25°C, pendant 4 h jusqu'à l'obtention d'une couleur grise, claire ou blanche. Retirer les capsules du four et les mettre à refroidir dans un dessiccateur puis les peser.

Expression des résultats

Les cendres exprimées en gramme par 100g de matière humide sont calculées par la relation suivante :

$$MO(\%) = (M_1 - M_2) * \frac{100}{P}$$

Soit : MO : Matière organique. M₁ : La masse en gramme de la capsule avec la prise d'essai. M₂ : La masse de la capsule avec les cendres. P : La masse en gramme de la prise d'essai.

La teneur en cendres (CD (%)) est calculée par la formule suivante :

$$CD (\%) = 100 - MO(\%)$$

III.3.5. Détermination de l'indice de couleur

La couleur de l'aliment est un critère très important dans la décision d'achat par le consommateur. Cette couleur est souvent considérée par comme un indicateur de la qualité globale du produit alimentaire.

Mode opératoire

L'indice de la couleur a été mesuré, par un chroma mètre à réflectance CEI lab.(CM-2025Minolta japon) ayant une source D-65. Une lecture directe est prise sur les poudres d'écorce de grenade, soigneusement placées dans des boîtes pétries en verre optique. La couleur est composée de la réflectance L^* = la clarté variant de 0 à 100 (plus le L^* est grand et plus la poudre est pale), de l'indice rouge a^* variant de -60 à +60 (plus le a^* est élevé et plus la poudre apparaît rouge) et de l'indice de jaune b^* variant de -60 à +60 (plus le b^* est élevé et plus la poudre apparaît jaune) (Guerderet al., 2009).

III.3.6. Répartition granulométrique des poudres

La distribution granulométrique des PEG est réalisée à l'unité de recherche UR-MPE de l'université M'hamed bougara de Boumerdes. Elle est déterminée à l'aide d'un granulomètre Laser de marque MASTERSIZER. La technique permet de mesurer la distribution de la taille des particules et la surface spécifique des particules du diamètre dominant (Teunouet al., 1999). Le faisceau laser traverse la cellule d'analyse qui contient l'échantillon. La lumière diffractée par les particules est collectée au niveau d'une lentille qui réoriente l'image de diffraction sur les détecteurs. Toutes les particules de même taille diffractent au même angle et tombent sur le même détecteur.

L'analyse et la comparaison des distributions granulométriques des particules s'effectuent généralement sur un nombre de grandeurs, telle que :

$D_{0,1}$: taille des particules pour laquelle 10% en volume de l'échantillon se trouve en dessous de cette valeur.

$D_{0,5}$: taille de particule pour laquelle 50% en volume de l'échantillon se trouve en dessous de cette valeur. Il s'agit de diamètre médian.

$D_{0,9}$: taille des particules pour laquelle 90% en volume de l'échantillon se trouve en dessous de cette valeur.

$D_{4,3}$: le diamètre moyen en volume des capsules

$D_{3,2}$: le diamètre de Sauter, diamètre moyen en surface des capsules

Span (poly-dispersité) exprime le ratio $(D_{0,9} - D_{0,1}) / D_{0,5}$, il mesure l'étalement de la distribution granulométrique en volume (Gallo et al., 2005 ; Zhang et al., 2009) et enfin la Surface spécifique du diamètre dominant en (m^2/g).

III.4. Propriétés fonctionnelles de la PEG

III.4.1. Capacité de rétention d'eau (CRE)

Mode opératoire

Dans un bécher verser 20 ml d'eau distillée et 2g de PEG, bien mélanger pendant 5min puis laisser au repos à température ambiante pendant 1heure, centrifuger le mélange à 2500 tr/min pendant 30 min dans des tubes préalablement tarés, peser du résidu solide avant et après élimination du surnageant

Les résultats sont exprimés en g d'eau retenue par 100 g de PEG

$$CRE (\%) = (Pr - P0) * \frac{100}{P0}$$

Avec : P₀ : Poids de la poudre de grenade (2g) ; P_r : Poids de la poudre après centrifugation.

III.4.2. Capacité de rétention d'huile (CRH)

20 ml d'huile de tournesol et 2g de PEG sont mélangés dans un bécher pendant 5 min puis laisser au repos à température ambiante pendant 1heure, centrifuger le mélange à 2500tr/min pendant 30 min dans des tubes préalablement tarés, peser du résidu solide avant et après élimination du surnageant

Les résultats sont exprimés en g d'huile retenue par 100 g de PEG.

$$CRH(\%) = (P'r - P0) * \frac{100}{P0}$$

Avec : P₀ : Poids de la poudre de grenade (2g) ; P'_r : Poids de la poudre après centrifugation. (Réf : Viuda-Martos M. 2010 avec modification)

III.4.3. Activité émulsifiante (AE) et stabilité de l'émulsion (SE)

Dans un bécher mettre 100 ml d'une solution de PEG à 2% dans l'eau et bien homogénéiser ensuite rajouter 100 ml d'huile de tournesol petit à petit en agitant énergiquement pendant 5 min (barreau magnétique), l'émulsion obtenue est centrifugée à 1200 tr/min pendant 5 min dans plusieurs tubes graduée de capacité de 10 ml (4 répétitions), le volume de la couche (ou la hauteur) émulsifiées est comparé à la hauteur initiale de l'émulsion :

$$AE (\%) = Vr * \frac{100}{V0}$$

V_r : volume de la couche restante ; V₀ : volume de la couche initiale

La stabilité (SE) est obtenue après chauffage de la préparation initiale à 80 C° pendant 30 min puis refroidissement à T° ambiante suivi d'une centrifugation à 1200 tr/min pendant 5 min.

$$SE (\%) = V'r * \frac{100}{V0}$$

V'r : volume de la couche restante ; V0 : volume de la couche initiale

Les CRE et CRH sont inspirés des travaux de **El-khalifa et Bernhardt** (2010).

Les AE et SE sont inspirés des travaux de **Sathe et al.** (1983).

III.5. Propriétés physiques des matières premières d'encapsulation

III.5.1. Masse volumique

La masse volumique, aussi appelée densité volumique de masse, est une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume.

Mode opératoire

Dans une éprouvette de 5 ml peser 2g de PEG, après tassement par vibration lire le volume qui correspond à cette masse (3 répétitions)

$$\rho \left(\frac{g}{ml} \right) = \frac{M}{V}$$

M : masse de la PEG en g ; V : volume de la PEG en ml.

III.5.2. Point de fusion de la cire d'abeille par la méthode du tube capillaire

La cire d'abeille est la cire naturelle sécrétée par les abeilles à miel. Elle est utilisée pour construire les rayons de leur ruche afin d'y stocker leurs produits (miel, pollen et couvain). Chimiquement, la cire d'abeille se compose principalement d'esters d'acide gras et de divers alcools à longue chaîne.

Mode opératoire

Dans un bécher mettre une petite quantité de cire d'abeilles et faire fondre sur une plaque chauffante, immerger les tubes capillaires dans la cire pour prélever une petite colonne de 1 cm de haut, mettre dans le frigo à 4 C° pendant 24 h, puis mesurer le point de fusion dans l'appareille de PF (trois répétitions).

III.5.3. La densité

Mode opératoire

Dans un cylindre de 50 ml, remplir la moitié du cylindre avec de l'eau distillée puis ajouter une petite lamelle de cire d'abeilles qui flottera à la surface car beaucoup moins dense. Rajouter petit à petit de l'éthanol jusqu'à ce que le morceau de cire descende au milieu de la colonne de liquide, ça indiquera que la densité du mélange eau/éthanol est équivalente à celle de la cire. Mesurer ensuite la densité du liquide dans un pycnomètre.

III.6. Essais d'encapsulation PEG/MG (ratios 1 :1 et 1:2)

Des essais préliminaires ont été effectués pour contrôler la faisabilité de l'opération d'encapsulation avec la cire d'abeille, le beurre et le mélange des deux, puis le choix des proportions de cire et de beurre a été faite de telle façon que la température de fusion des capsules soit supérieure aux températures de fermentation du yaourt. Ensuite l'encapsulation proprement dite est effectuée comme suit :

Mettre sur une plaque chauffante un bécher, y ajouter une petite quantité du mélange de matière grasse choisi (cire et beurre- voir tableau 3) et bien mélanger jusqu'à fonte totale, rajouter une goutte de lécithine de soja (émulsifiant), 2 g de PEG est introduite petit à petit, le tout est mis à l'étuve pendant 1 h à (70°C), chauffer entre-temps 50 ml d'eau distillée à 70 °C, l'eau chaude est rajoutée et l'émulsion est fabriquée grâce à l'agitation avec un barreau magnétique, mettre ensuite le bécher dans un bain de glace jusqu'à solidification de la matière grasse, contrôler le type d'émulsion sous microscope.

Tableau 3 : Données quantitatives sur les essais d'encapsulation

	Beurre (g)	Cire (g)	Emulsifiant (g)	PEG (g)
	PEG/MG (1 :1)			
Mélange 1 (54b/46c)	1,08	0,92	0,02	2
Mélange 2 (60b/40c)	1,20	0,80	0,02	2
Mélange 3 (65b/35c)	1,30	0,70	0,02	2
	PEG/MG (2:1)			
Mélange 4(54b/46c)	0,54	0,46	0,02	2
Mélange 5(60b/40c)	0,60	0,40	0,02	2
Mélange 6(65b/35c)	0,65	0,35	0,02	2

III.6.1. Rendement d'encapsulation (EE%)

L'équivalent en capsules de 250 mg de PEG (entre 350 et 400 mg de PEGE) sont dispersés dans 20 ml d'eau distillée. Cette suspension est immédiatement centrifugée à 4000 g pendant 10 min. le surnageant est filtré sur micro-seringue (filtre nylon) puis l'absorption du filtrat A' est mesurée à 368 nm. Refaire la même manipulation avec 250mg de PEG et mesurer l'absorption du filtrat A_{PEG}.

$$EE(\%) = (A_{peg} - A') * \frac{100}{A_{peg}}$$

III.6.2. Préparation de yaourt enrichi de PEG

Les particules de PEG sont préparées sous forme d'émulsion à l'avance dans 40ml d'eau préalablement bouillie et refroidie, plus un témoin sans encapsulation, la composition du mélange des matières grasses d'encapsulation est choisie de telle manière que ça soit celle qui a donné la meilleure efficacité d'encapsulation (EE %), le tableau 4 donne la composition des formulations « F » élaborées. Le choix des doses d'incorporation prend aussi en considération l'efficacité d'encapsulation.

Tableau 4 : Formulations du yaourt enrichi en PEGE

	F1	F2	F3	F4	F ₀ (témoin)
PEGE (%)	0,4	0,6	0,8	1,0	-
PEG (%)	-	-	-	-	0,4
Eau (ml)	40	40	40	40	40
Lait (ml)	200	200	200	200	200

IV.6.3. Préparation de yaourt

La préparation du yaourt passe par plusieurs étapes :

- Préparation du lait a 130g/L: mettre la quantité nécessaire de poudre de lait dans de l'eau préalablement bouillie et refroidie et bien homogénéiser, pasteuriser à 85C° pendant 15 s refroidir à 45 C° dans un bain de glace.
- Inoculer par le ferment lactique contenu dans 1/5 de pot de yaourt nature, bien mélanger.
- diviser à raison 200 ml dans chaque béccher rajouter la PEGE /40 ml d'eau, bien mélanger puis mettre dans des pots de yaourt vide bien lavée, séchés et étiquetés (60 ml du mélange). Couvrir d'un film plastique mettre à incuber dans une étuve réglée à

45 C° pendant 3-4h jusqu'à apparition d'une coagulation. Retirer, mettre au frigo jusqu'au teste de dégustation.

III.6.4. Test de dégustation (Friedmann)

Cette analyse est effectuée par une évaluation sensorielle portée sur cinq (5) critères: la couleur, la texture, l'amertume, l'astringence et le gras. Cette évaluation est conditionnée par :

- Le choix d'un local calme, neutre et pur ne présente pas des odeurs avec une lumière uniforme et équipé par un lavabo.
- Les dégustateurs doivent être non-fumeurs et ne doivent pas manger avant le test.
- Les produits doivent être présentés, pour chaque individu, dans un ordre différent à chaque fois de préférence.
- Les produits doivent avoir des étiquettes.
- Chaque dégustateur doit avoir une fiche de dégustation et faire son test indépendamment des autres.

Le Matériels nécessaire est du papier en aluminium, de l'eau minérale et verres en plastiques, des serviettes en papier et des cuillères en plastique.

Les pots de yaourts sont disposés sur les plans de dégustation et sont couverts de papier aluminium. On donne au dégustateur la fiche (Annexe II) et on lui explique le test et l'objectif. On rassemble les résultats des scores des critères dans un tableau puis on fait le classement de ces derniers (Annexe II). On utilise le test de Friedman pour le choix de la meilleure formulation.

L'interprétation des résultats du test de Friedman est basée sur le calcul de F et sa comparaison avec le critère théorique L de la table statistique du χ^2 (avec p-1 degrés de liberté et une probabilité ρ de 5 %). Pour chaque critère testé on calcul F comme suit :

$$F = \left(\frac{12}{n * p * (p + 1)} \right) * \left(\sum_1^n Rp \right) - (3n * (p + 1))$$

n : Nombre des sujets ; P : Nombre de produits ; Rp: Rang calculé à partir des classements donné aux produits par n sujets pour un produit p.

Si $F \geq L$:les produits sont perçus comme étant significativement différent.

Si $F < L$:les produits sont perçus comme étant significativement identique.

IV. Résultats et discussion

IV.1. Caractéristique physico-chimiques d'écorces de grenade

Les résultats des analyses physico-chimiques de la PEG sont résumés dans le **tableau 5**.

Tableau 5 : Résultats des analyses physico- chimiques des écorces de grenade

Paramètres		Valeurs			
Teneur en eau(%)		7,5±0,5			
pH		4,12±0,06			
Acidité titrable (g eq.NaOH/100g)		4,1±0,13			
Teneur en Cendres (%)		6,14±2,63			
Couleur	L*	59,26±3,73			
	a*	5,73±0,42			
	b*	30,36±2,89			
Masse volumique (g/ml)		0,4600 ±0,00033			
Uniformité Granulométrique (%)	65,7	D (0,1) µm	21,270	D4,3 µm	165,200
		D (0,5) µm	151,051	D3,2 µm	46,507
		D (0,9) µm	337,962	Span	2,097

IV.1.1. Teneur en eau et en volatils

La teneur en eau est un critère de qualité utilisé essentiellement pour estimer le degré d'humidité de la poudre, elle conditionne la conservation du produit. La PEG étudiée présente une teneur de 7,5±0,5 %, cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Benyahia et Hadbi**(2016) (9,83±0,06%), cela est probablement dû à la durée de stockage de la poudre qui a été obtenue en 2016.

IV.1.2. Le pH

Le pH est un des paramètres physicochimiques qui jouent un rôle important dans la prolifération microbienne dans les denrées alimentaires. Un pH acide est favorable à la croissance des levures et des moisissures, tandis que les bactéries préfèrent un pH neutre.

D'après les résultats on note que le pH de la PEG est légèrement acide, il est de l'ordre de (4,12 ±0.06) inférieur à la valeur mentionnée par **Benyahia et Hadbi**(2016) (4,16±0,02). Ce pH est dû à la richesse de la PEG en deux importants acides hydroxybenzoïques, l'acide gallique et l'acide ellagique. Ce pH est susceptible de favoriser une prolifération des levures et des moisissures, problème souvent rencontré sur les écorces de grenade, ce qui exige une conservation à l'abri de l'humidité.

IV.1.3. L'acidité titrable

La PEG présente une acidité titrable de $4,1 \pm 0,13$ g eq/100g, cette valeur est également supérieure à celle de **Mediani et Guerhli** (2015) avec des valeurs de $3,36 \pm 0,054$ et **Benyahai et Hadbi** (2016) avec $4,89 \pm 0,02$. Cet écart est dû à plusieurs facteurs, la variété, le stade de maturation et la méthode de dosage de l'acidité)

IV.1.4. Taux de cendres

Le taux de cendre représente la quantité totale en sels minéraux présente dans la PEG. Le résultat trouvé montre la richesse de la PEG en minéraux ($6,14 \pm 2,63\%$), en comparaison avec les valeurs trouvés par **Benyahia et Hadbi**(2016)($4,80 \pm 0,76\%$). Cependant, il est important de signaler que la richesse en minéraux dépend de la composition du sol et de la richesse de l'eau d'irrigation en matière minérale.

IV.1.5. L'indice de couleur

La couleur est l'un des paramètres les plus importants pour l'évaluation de la qualité des produits alimentaires car elle influence l'acceptabilité par le consommateur (40 % du critère d'acceptabilité).

La PEG étudiée présente un indice L (Lightness) de $59,26 \pm 3,73$ indiquant une clarté moyenne, qui est supérieure à celle trouvée par **Benyahai et Hadbi**(2016) avec une valeur de $52,5 \pm 0,7$. Cependant l'indice de rouge est de $5,73 \pm 0,42$. Pour la bande jaune-bleu, la PEG étudiée présente un indice de jaune de $30,36 \pm 0,5$; ce qui donne la couleur jaune franche à la poudre. Les différences observées entre les couleurs dans les études sont dues à de nombreux facteurs : la variété, l'état de maturité des fruits et le procédé de séchage.

IV.1.6. Répartition granulométrique des poudres

La mesure granulométrique de la PEG ainsi que la distribution des tailles des particules, sont deux éléments très importants dans la détermination de son comportement technologique ultérieur. Les particules qui restent en suspension (les fines) donnent des poudres qui peuvent être incorporées facilement dans des matrices peu visqueuses, mais des particules plus grandes, les grosses poseront le problème de décantation car elles présentent une grande vitesse de chute et le choix de matrices solides à visqueuses est plus judicieux.

D'après la courbe granulométrique (**figure 7 et 8**) on peut tirer la répartition de la taille des particules et prédire le comportement de la poudre (reste en suspension, sédimente totalement ou partiellement) ; ça permettra aussi de choisir une matrice alimentaire adéquate.

Les données principales tirées du granulomètre sont :

10% de volume de particules a un $\phi < 21,3 \mu\text{m}$ (micro fines)

50% de volume de particules a un $\phi < 151,1 \mu\text{m}$ (les fines)

90% de volume de particules a un $\phi < 338,0 \mu\text{m}$ (grosses)

Cette poudre est plus homogène par rapport à celle préparée par **mediani et guerhli** (2015), et présente une granulométrie, en général, plus petite que celle-ci. On peut conclure qu'elle se comportera d'une manière uniforme mais ne peut être incorporée sans poser le problème de décantation par ce que la taille la plus dominante varie entre 100 et 450,5 μm .

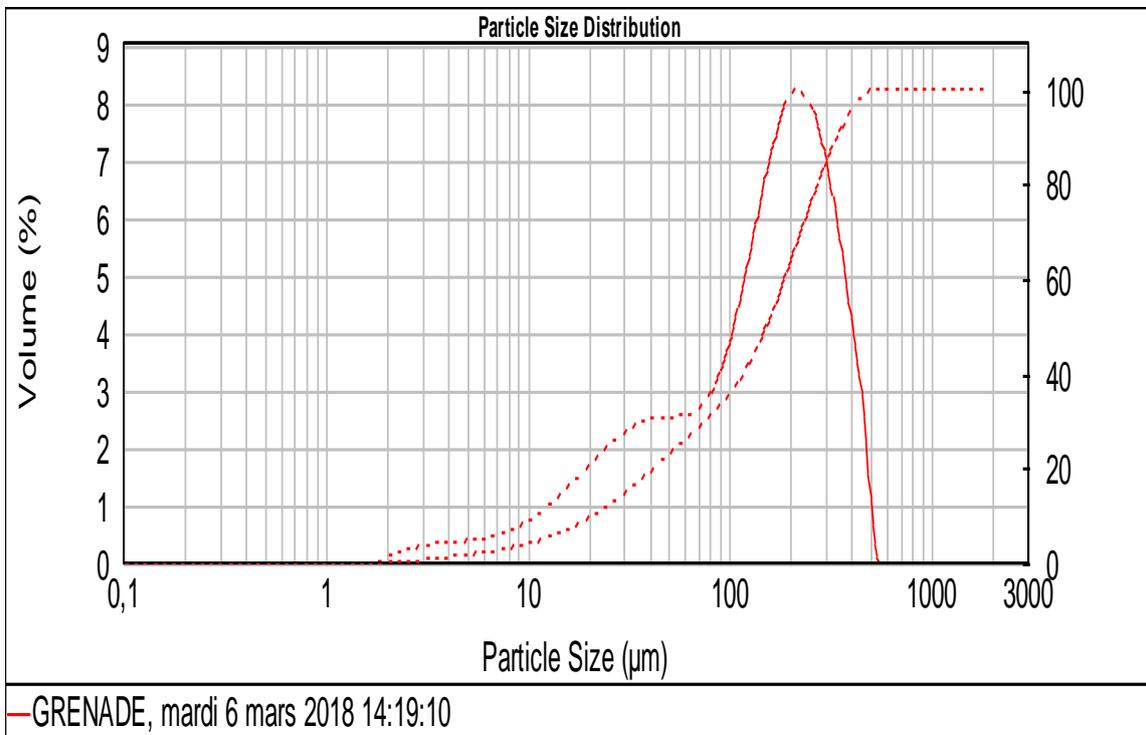


Figure 7 : Courbe granulométrique simple et cumulée de la PEG



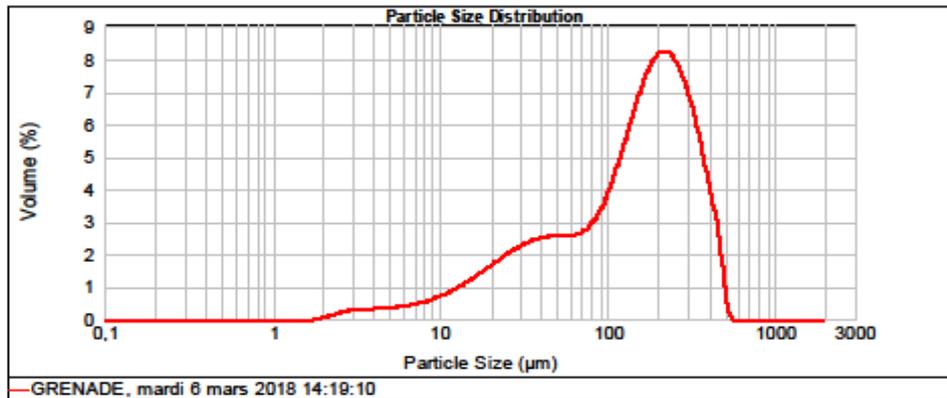
MASTERSIZER



Result Analysis Report

Sample Name: GRENADE	SOP Name:	Measured: mardi 6 mars 2018 14:19:10	
Sample Source & type:	Measured by: Immc	Analysed: mardi 6 mars 2018 14:19:12	
Sample bulk lot ref: 06/03/2018	Result Source: Measurement		
Particle Name: DEFAULT	Accessory Name: Sirocco 2000 (A)	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Normal
Particle Rt: 1,520	Absorption: 1	Size range: 0,020 to 2000,000 um	Obscuration: 1,29 %
Dispersant Name: Dry dispersion	Dispersant Rt: 1,000	Weighted Residual: 5,981 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0,0019 %Vol	Span : 2,097	Uniformity: 0,857	Result units: Volume
Specific Surface Area: 0,129 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 46,507 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 165,200 um	

d(0.1): 21,270 um d(0.5): 151,051 um d(0.9): 337,962 um



Size (µm)	Volume In %										
0,010	0,00	0,105	0,00	1,068	0,00	11,482	0,86	120,226	5,05	1259,925	0,00
0,011	0,00	0,120	0,00	1,260	0,00	13,183	0,86	136,036	5,05	1445,440	0,00
0,013	0,00	0,138	0,00	1,445	0,00	15,136	1,09	156,489	5,99	1659,587	0,00
0,015	0,00	0,158	0,00	1,660	0,00	17,379	1,21	181,970	6,79	1905,461	0,00
0,017	0,00	0,182	0,00	1,905	0,00	19,993	1,41	206,930	7,43	2187,792	0,00
0,020	0,00	0,209	0,00	2,198	0,17	22,909	1,80	239,883	7,19	2511,886	0,00
0,023	0,00	0,240	0,00	2,512	0,29	26,303	1,97	275,423	8,42	2884,032	0,00
0,026	0,00	0,275	0,00	2,864	0,29	30,200	1,97	316,226	8,42	3311,311	0,00
0,030	0,00	0,316	0,00	3,311	0,28	34,674	2,12	363,078	5,39	3801,894	0,00
0,035	0,00	0,363	0,00	3,832	0,31	39,811	2,23	416,889	4,04	4365,159	0,00
0,040	0,00	0,417	0,00	4,385	0,33	45,709	2,29	478,630	2,77	5011,872	0,00
0,046	0,00	0,479	0,00	5,012	0,34	52,481	2,31	549,541	0,54	5754,399	0,00
0,052	0,00	0,550	0,00	5,754	0,39	60,256	2,36	630,957	0,00	6609,934	0,00
0,060	0,00	0,631	0,00	6,637	0,44	69,183	2,51	724,436	0,00	7586,776	0,00
0,069	0,00	0,724	0,00	7,586	0,51	79,433	2,64	831,784	0,00	8709,636	0,00
0,079	0,00	0,832	0,00	8,710	0,60	91,201	3,38	964,993	0,00	10000,000	0,00
0,091	0,00	0,955	0,00	10,000	0,60	104,713	3,38	1096,478	0,00		
0,105	0,00	1,096	0,00	11,482	0,72	120,226	4,15	1259,925	0,00		

Operator notes:

Figure 8 : Courbe granulométrique de la PEG préparée

IV.2. Propriétés fonctionnelles de la poudre d'écorce de grenade

Les résultats concernant les propriétés fonctionnelles de la PEG sont résumés dans le tableau 6:

Tableau 6 : Résultat des propriétés fonctionnelles de la PEG

Propriété	Moyenne	Ecarte types
CRE (%)	198,4	97,93
CRH (%)	196,4	26,4
AE (%)	3,125	8,460
SE (%)	2,5	0,000

La capacité de rétention d'eau (CRE) est le test le plus utilisé pour l'évaluation des propriétés d'hydratation des farines. C'est l'un des critères qui déterminent la qualité sensorielle, en particulier, la texture des produits alimentaires pulvérulents, il est admis que les matrices alimentaires qui ont une CRE élevée gardent leur friabilité durant l'entreposage.

De façon générale, Le mécanisme consiste en la fixation des molécules d'eau par les groupements hydrophiles des biopolymères (protéines, fibres et amidon). Par contre la capacité de rétention de l'huile implique l'adsorption de l'huile sur les groupements apolaires de ces derniers. Il est suggéré que la rétention d'huile (CRH) est due, en premier lieu, aux fibres alimentaires, puis aux protéines et en dernier lieu à l'amidon.

Ces deux paramètres dépendent d'un certain nombre de facteurs tels que : la nature du matériau, les traitements subis, les conditions physicochimiques du test (pH, force ionique et température, et la granulométrie (**Ouazine et Belala, 2017**)).

Dans notre cas ces deux paramètres vont nous indiquer si notre PEG aura une aptitude à attirer le revêtement aqueux ou gras pour former les capsules. Comme l'indique le tableau 6, la PEG a pratiquement la même capacité à retenir l'eau et l'huile avec des taux moyens avoisinant les 200%. Cela veut dire que l'eau et l'huile ont trouvé des sites hydrophiles et hydrophobes pour s'adsorber à la surface de la poudre qui est essentiellement de nature fibreuse. Ce taux moyen sera dans notre cas directement lié à la nature de la surface et à la granulométrie de la poudre (pH neutre et température ambiante). Nous prenons ici comme exemple la CRE d'une farine à (ϕ 45 μ m et 75°C) cités par **Ouazine et Belala (2017)** qui peut adsorber jusqu'à 400% d'eau.

Les propriétés émulsifiantes des farines sont attribuées, en grande partie, aux protéines. Elles sont généralement décrites par deux indices à savoir l'activité émulsifiante (AE), qui reflète l'aptitude de la poudre à former des émulsions et la stabilité émulsifiante (SE) qui reflète la résistance de l'émulsion formée au stress (centrifugation).

La formation d'émulsions est favorisée par l'adsorption des protéines généralement, qui sont de nature amphiphile et qui se comportent comme des agents tensioactifs, par l'abaissement de la tension interfaciale (**Ouazine et Belala, 2017**).

Les résultats de AE et SE ne sont pas en faveur de l'existence d'une quelconque activité émulsifiante à la surface de la PEG, ceci est dû à la pauvreté des écorces en protéines en général, cette donnée nous indique aussi qu'il faut rajouter un émulsifiant si l'on veut avoir une émulsion stable lors de l'encapsulation.

IV.3. Propriétés physiques des matières premières d'encapsulation (cire et beurre)

Les résultats concernant les points de fusion de la cire d'abeille et le beurre sont résumés dans le tableau 7:

Tableau 7 : Résultats des points de fusion la densité et la masse volumique de la cire d'abeille et du beurre

Echantillon	PF (°C)	Masse volumique	La densité
La cire d'abeille	63,3±2,845	0,92±0,004	0,64±0,018
Le beurre	47,37±2,29		
Mélange 1	55		
Mélange 2	54		
Mélange 3	53		
Mélange 4	55		
Mélange 5	54		
Mélange 6	53		

La cire d'abeille a un point de fusion compris entre 62°C et 66°C (Haderbache, 2004). Donc celle que nous utiliserons pour l'encapsulation est dans les normes. Alors que le point de fusion du beurre se situe généralement autour de 35 à 40 °C, celui que nous utilisons ici a une valeur plus élevée car il est purifié industriellement.

La point de fusion des mélanges choisis pour l'encapsulation sur la base des calculs (PF cire x % cire+ PF beurre y % beurre) est dans toutes les formulations supérieure à la température d'incubation du yaourt brassé, ce qui est un point positif qui garantis la bonne tenue des capsules lors de la fermentation.

IV.4. Vérification de l'encapsulation par émulsification sous microscope

Après élaboration des émulsions, une observation de vérification sous microscope est réalisée, la figure 9 montre la formation d'une dispersion de globules ronds (grasses) et la disparition quasi-totale de la structure initiale de la PEG seule (Figure 10). On note que les émulsions élaborées sont de type H/E selon la diffusion du bleu de méthylène.

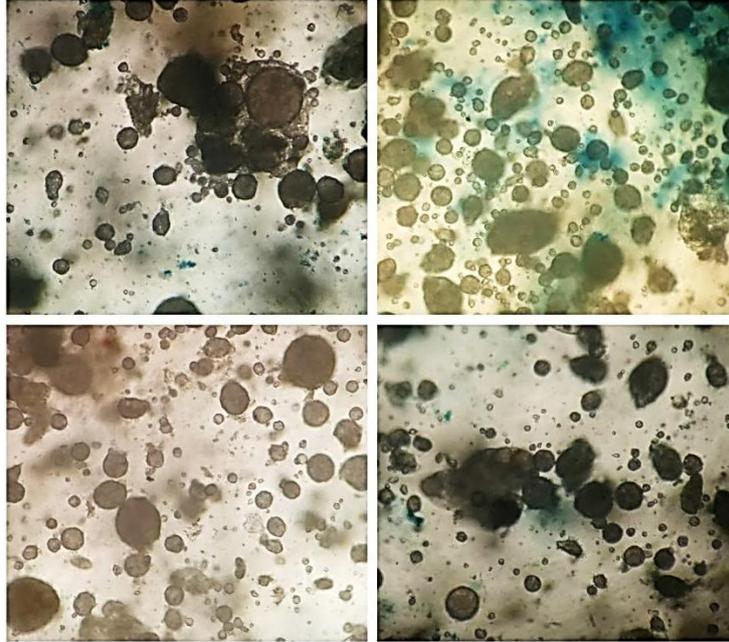


Figure 9 : Observation sous microscope de l'émulsification- cas des mélanges (2 :1)
Grossissement 400X

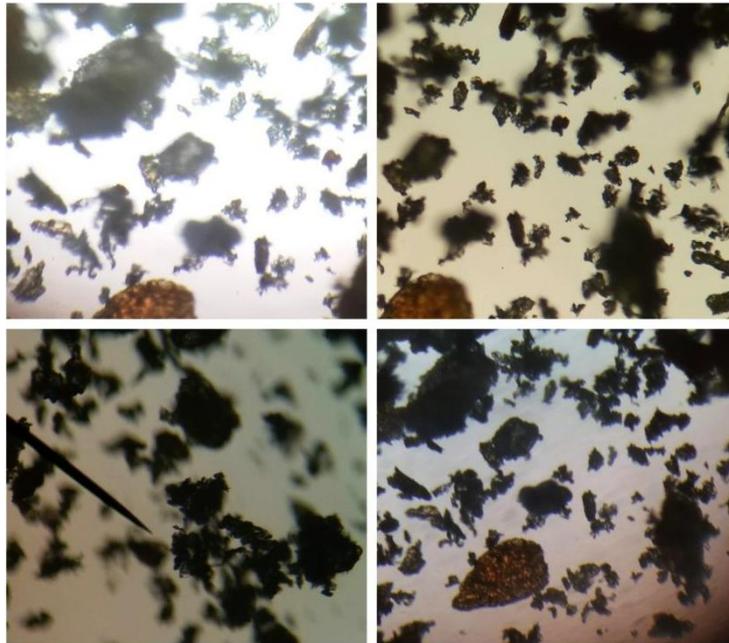


Figure 10 : Image sous microscope de la PEG brute
Grossissement 400X

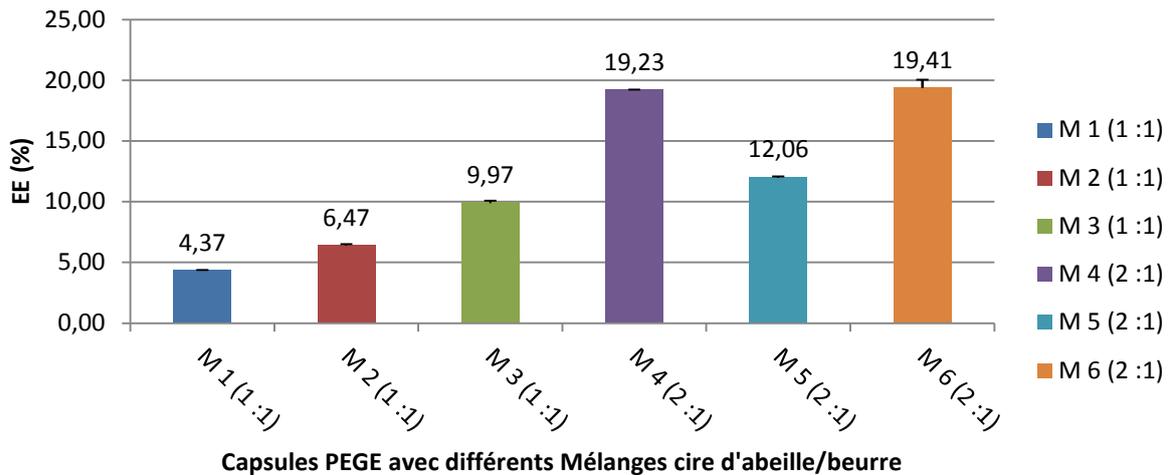


Figure 11 : Histogramme de l'efficacité d'encapsulation des différentes préparations PEG/cire/beurre.

L'efficacité d'encapsulation varie entre 4 et 19,5 %, ce qui est une valeur très faible d'encapsulation par rapport au résultat trouvé par **Benyahia et Hadbi** (2016) qui donnent des valeurs de EE de plus de 90 % pour l'encapsulation par coacervation complexe, cette faible valeur est liée à la technique par émulsification qui selon **El-Abbassiet al.** (2016) donne des résultats ne dépassant pas les 40% d'efficacité dans la plupart des cas, son seul avantage étant sa facilité de mise en œuvre et sa compatibilité avec les systèmes alimentaires.

Selon la figure 11, nous pouvons tirer les constatations suivantes :

- Les mélanges PEG/MG ratio (1 :1) présentent les taux d'encapsulation les plus faibles s'étalant de 4 à 10 %, malgré que le matériau d'encapsulation (MG) est plus abondant.
- Les mélanges PEG/MG ratio (2 :1) donnent les taux les plus élevés allant de 12 à 19,5 %.
- Les deux mélanges M4 et M6 présentent des valeurs comparables si l'on prend en considération les écarts types, ce qui montre que peu importe la proportion de la cire d'abeille et du beurre dans ces mélanges (PF allant de 53 à 55°C) il y a plus de PEG couverte par la matière grasse que dans la première série.

IV.5. Classements des formulations yaourt selon le test de Friedman

Après le calcul des facteurs F pour les cinq critères testés sur les cinq formulations élaborées, nous obtenons les résultats présentés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Résultats du calcul des critères de Friedman

Critère	Couleur	Texture	Amertume	Astringence	Gras
F	-29,5	20,9	-1,91	-9,29	1,891
L	9,49	9,49	9,49	9,49	9,49
Jugement	Identiques	Différents	Identiques	Identiques	Identiques

Détermination des couples d'échantillons qui sont différents entre eux pour le critère texture. Pour cela on a effectué un test de comparaison multiple des somme des ranges. La plus petite différence significative est égale à :

$$\delta = z * n * \left(\frac{p * (p + 1)}{6} \right)$$

Où z est la valeur lue sur le tableau gaussienne au niveau : $2 * \infty / p * (p + 1)$ c'est-à-dire $2 * 5\% / 5 * (5 + 1) = 0,33\%$ (0,0033)

$$z = 2,74$$

$$\delta = 28,07$$

|RA-RB| = |67-81,5|=14,5 < 28,07 significativement identiques.

|RA-RC| = |67-65,5|=1,5 < 28,07 significativement identiques.

|RA-RD| = |67-65|=2 < 28,07 significativement identiques.

|RA-RE| = |67-36|=31 > 28,07 significativement différents.

|RB-RC| = |81,5-65,5|=16 < 28,07 significativement identiques.

|RB-RD| = |81,5-65|=16,5 < 28,07 significativement identiques.

|RB-RE| = |81,5-36|=45,5 > 28,07 significativement différents.

|RC-RD| = |65,5-65|= 0,5 < 28,07 significativement identiques.

|RC-RE| = |65,5-36|=29,5 > 28,07 significativement différents.

Ceci peut être schématisé comme suit :

F₀ (T)

36

F ₄ (1%)	F ₃ (0,8%)	F ₁ (0,4%)	F ₂ (0,6%)
65	65,5	67	81,5

Le produit le plus apprécié était le produit E malgré qu'il ne contienne que la PEG non encapsulée suivi du produit contenant 1% de PEGE. Les trois produits D,C et A ont été jugés identiques et sont moyennement appréciés. Enfin, Le produit B est celui qui a reçu le moins d'acceptation vis-à-vis des dégustateurs.

Conclusion

La poudre d'écorce de grenade constitue une source naturelle importante de constituants bioactifs. Cela justifie son utilisation traditionnelle et son intérêt pour la santé et l'industrie alimentaire. Toutefois du fait de son goût astringent et de sa teinte, elle est inutilisable telle quelle dans les produits industriels qui doivent se plier aux envies des consommateurs avant tout, ce qui motive la recherche de solutions techniques à ces inconvénients.

La partie portant sur la caractérisation de la PEG montre sa richesse en minéraux ainsi que ses bonnes propriétés de rétention d'eau et d'huile, mais elle n'a montré aucune activité émulsifiante ce qui justifie l'utilisation de la lécithine de soja lors de l'émulsification. Ces propriétés fonctionnelles lui sont surtout procurées par son homogénéité granulométrique et ses propriétés de surface.

Dans ce travail nous avons opté pour la technique de microencapsulation de la PEG par émulsification grâce à un mélange cire d'abeille/beurre, la cire d'abeille a permis d'élever le point de fusion du mélange gras et de donner aux microcapsules plus de tenue lors de la fabrication du yaourt brassé, de plus aucun problème de sédimentation n'est apparu à cause de l'abaissement de la densité apparente des particules solide par leur enrobage de matière grasse. Les microcapsules élaborées ont été très clairement observées sous microscope et le produit obtenu après filtration était de touché gras (pâteux), mais contrairement à l'encapsulation par coacervation (pectine/caséine) l'efficacité d'encapsulation était très faible estimée à une valeur de 19,5 % dans le meilleur des cas (Mélange 6 (2 :1)).

L'élaboration d'un yaourt brassé enrichi de PEGE a montré que tous les produits à base de microcapsules ont été bien acceptés par les dégustateurs, donc l'enrichissement peut aller jusqu'à 1 % d'écorce de grenade, ce qui est loin des objectifs nutritionnels visés d'un apport journalier entre 5 et 6 g/jour de poudre d'écorce de grenade.

Références bibliographiques

Aviram M.L., Dornfeld M., Rosenblat N., Volkova M., Kaplan R., Coleman T., Hayek D.P. and Fuhrman B. 2000. Pomegranate juice consumption reduces oxidative stress, atherogenic modifications to LDL, and platelet aggregation: Studies in human and in atherosclerotic apolipoprotein E-deficient mice^{1, 2}. *Am. J. Clin. Nutr.* 71, 1062-1076.

Benyahia H. et Hadbi F. 2016. Microencapsulation de la poudre d'écorce de grenade PEG par coacervation complexe (pectine/caséine) : essai d'incorporation dans un yaourt. Mémoire de Master, département technologie alimentaire, FSI, université M'hamedBougara, Boumerdes.

Bertolini A. C., Siani A. C., Grosso C. R. F. 2001. Stability of monoterpenes microencapsulated in gum arabic by spray-drying. *J. Agric. Food Chem.*, 49, 780-785.

Calin S. A. and Carboneli B. A. A. 2005. La grenade cultivée en Espagne: utilisation de la Punicalagine(anti-oxydante du jus de grenade) et de l'extrait de grenade dans les aliments fonctionnels. Editor, Murcia, Espagne.

Cazin F.G. 1998. Traité pratique et raisonne des plantes médicinales indigènes : avec un atlas de 200 planches. Les éditions chapitre.com, Réédition de l'ouvrage de 1868. 1189 p.

Champagne C. P. and Fustier P. 2007. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Current opinion in biotechnology*, 18(2), 184-190.

Desai K. G. H. and Park H. J. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology* 23(7), 1361-1394.

El-Abbassi A., El Fadeli S., El-Bouzidi L., Lahrouni M. And Nauman K. 2016. Recent Advances in Microencapsulation of Bioactive Compounds. *Analytical and Processing Techniques*. RPMP Vol. 41, 129-146.

El-khalifa, A. E. O., and Bernhardt R. 2010. Influence of grain germination on functional properties of sorghum flour. *Food chemistry*, 121(2), 387-392.

Gallo L., Labot J. M., Allemandi D., Bucalá V. and Piña J. 2011. Influence of spray-drying operating conditions on Rhamnuspurshiana (Cáscarasagrada) extract powder physical properties. *Powder Technology*, 208, 205–214. doi:10.1016/j.powtec. 2010.12.021.

Gouin S. 2004. Microencapsulation : Industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends food science and technichnology*, 15, 330-347.

Guerder. 2009 in [www.cstc.be/homepage/download.cfm?type=projects & docjaarverslag_kleurmetingen_fr_150409.pdf](http://www.cstc.be/homepage/download.cfm?type=projects&docjaarverslag_kleurmetingen_fr_150409.pdf) &langfr.

Guillaume G. and Mack Ghieu. 1987. Pharmacopée et médecine traditionnelle chinoise – plantes choisies, plantes occidentales. Edition présence. 701p.

Haderbache L. 2004. La cire d'abeille : contrôle de qualité et détection des fraudes (cas particulier des paraffines). Mémoire de magister, Université M'hamedBougara, Boumerdes.

- Hasmik H., Hazeleger W.C. and Beumer R.R. 2012. Inhibition of *Listeria monocytogenes* by pomegranate (*Punicagranatum*) peel extract in meat pâté at different temperatures. *Food control*, 23, 66-72.
- Lazko J., Popineau Y. and Legrand J. 2004. Soy glycinin microcapsules by simple coacervation method. *Colloid surface*, 37, 1-8.
- Librairie F. savay 1875 tome 1 page 235-236 et 308
- Madene A. 2006. Etude des transferts d'arômes encapsulés dans une matrice alimentaire type génoise. Thèse de doctorat, institut national polytechnique de Lorraine.
- Malik A., Afaq F., Sarfaraz S., Adhami V.M., Syed D.N., Mukhtar H. 2005. Pomegranate fruit juice for chemoprevention and chemotherapy of prostate cancer. *Proc Natl Acad Sci.*, 102(41), 14813-14818.
- Median A. et Guerhli A. 2015. Essais de caractérisation et d'incorporation des poudres d'écorce de grenade dans une matrice alimentaire type L'ben et boisson bitter. Mémoire de Master, département technologie alimentaire, FSI, université M'hamed Bougara, Boumerdes.
- Ouazine S. et Belala H. 2017. Propriétés fonctionnelles de la poudre de feuilles de *Moringa oleifera*. Mémoire de master, Université Abderahmane Mira, Béjaia.
- Planchon G., Collon E – traité pratique de la détermination des drogues simples d'origine végétales
- Qnais E.Y., Elokda A.S., Abu Ghalyun Y.Y. and Abdullah F.A. 2007. Activité anti diarrhée de l'extrait aqueux de l'écorce de *Punicagranatum* (grenadier). *Biologie pharmaceutique*, 45(9), 715-720.
- Richard J. and Benoit J.P. 2000. Microencapsulation. *Techniques de l'ingénieur*, J 2210, 1-20.
- Saraf N. M., Alat D. V. and Chakrabarti R. 2007. Microencapsulation at an affordable price. *Colourage* 54(9), 66.
- Sathe, S., Deshpande, S. and Salunkhe, D. 1983. Functional-properties of black gram (*Phaseolus mungo* L) proteins. *Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, 16(2), 69-72.
- Sidoummou N. 2011. Caractérisation physicochimique et évaluation des activités biologiques du mélange miel-écorce de grenade. Mémoire de master, département de Biologie, FS, université M'hamed Bougara, Boumerdes.
- Teunou E., Fitzpatrick J. J. and Synnott E. C. 1999. Characterisation of food powder flowability. *Journal of Food Engineering*, 39, 31-37. doi:10.1016/S0260-8774(98)00140-X
- Vandamme T., Poncelet D., Subra-Paternault P. 2007. La microencapsulation : des sciences aux technologies. Edition Lavoisier. 348p.
- Viuda-Martos M., Fernández-López J., Pérez-Álvarez J.A. 2010. Pomegranate and its Many Functional Components as Related to Human Health: A Review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 9 (6), 635-654. <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2010.00131.x>.

www.biotearecettes.com/fruit

www.boitearecettes.com/fruit

www.fr.wikipedia.org/wik/emulsion

www.nutritiondata.self.com/facts/fruits/juices/2038/2.

www.phenol-explorer.eu/contents/totalid-181

www.phenol-explorer.com/pomegranate

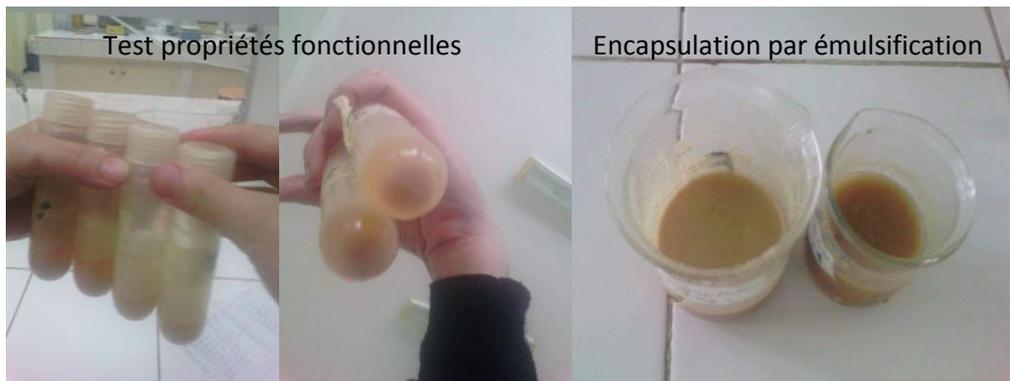
www.remacle.org/bloodwolf

www.researchgate.net/publication/321682612_Punica_granatum_A_Review_on_Phytochemicals_Antioxidant_and_Antimicrobial [accessed Jun 25 2018].

Zhang L. H., Xu H. D. and Li S. F. 2009. Effects of micronization on properties of *Chaenomeles sinensis* (Thouin) Koehne fruit powder. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 10(4), 633-637.

Zhang L.H., Li L.L., Li Y.X., Zhang Y.H. 2008. In vitro antioxidant activities of fruits and leaves of pomegranate. *Acta Hort*, 765, 31–34.

ANNEXE I : Manipulations de la PEG et de la PEGE



ANNEXE II : Test organoleptique

Fiche de dégustation Yaourt nature amélioré

N° :

date :

heure :

	Couleur	Texture	Amertume	Astringence	Gras
Produit 1					
Produit 2					
Produit 3					
Produit 4					
Produit 5					

Notation : donnez une note pour chaque critère, pour chaque produit.

1 : très mauvais

3 : mauvais

5 : moyen

7 : bon

9 : très bon

10 : excellent

Table de χ^2

DDI	10%	5%	2,50%	1%	1%
1,00	2,72	3,84	5,02	6,63	10,83
2,00	4,61	5,99	7,38	9,21	13,82
3,00	6,25	7,81	9,35	11,34	16,27
4,00	7,78	9,49	11,14	13,28	18,47
5,00	9,24	11,07	12,83	15,09	20,52
6,00	10,64	12,59	14,45	16,81	22,46
7,00	12,02	14,07	16,01	18,47	24,32
8,00	13,36	15,51	17,53	20,09	26,13
9,00	14,68	16,92	19,02	21,67	27,88
10,00	15,99	18,31	20,48	23,21	29,59
11,00	17,27	19,67	21,92	24,72	31,26
12,00	18,55	21,03	23,34	26,22	32,91
13,00	19,81	22,36	24,74	27,67	34,53
14,00	21,06	23,68	26,12	29,14	36,12
15,00	22,31	25,00	27,49	30,58	37,70
16,00	23,54	26,30	28,84	32,00	39,25
17,00	24,77	27,59	30,19	33,41	40,79
18,00	25,99	28,87	31,53	34,80	42,31
19,00	27,20	30,14	32,85	36,19	43,82
20,00	28,41	31,41	34,17	37,57	45,32
21,00	29,61	32,67	35,48	38,93	46,80
22,00	30,81	33,92	36,78	40,29	48,27
23,00	32,01	35,17	38,08	41,64	49,73
24,00	33,20	36,41	39,37	42,98	51,18
25,00	34,38	37,65	40,65	44,31	52,62
26,00	35,56	38,88	41,92	45,64	54,05
27,00	36,74	40,11	43,19	46,96	55,48
28,00	37,92	41,34	44,46	48,28	56,89
29,00	39,09	42,56	45,72	49,59	58,30
30,00	40,26	43,77	46,98	50,99	59,70

Table Gaussienne					
z	α	z	α	z	α
0,00	0,5000	1,00	0,1587	2,00	0,0228
0,02	0,4920	1,02	0,1539	2,02	0,0217
0,04	0,4840	1,04	0,1492	2,04	0,0207
0,06	0,4761	1,06	0,1446	2,06	0,0197
0,08	0,4681	1,08	0,1401	2,08	0,0188
0,10	0,4602	1,10	0,1357	2,10	0,0179
0,12	0,4522	1,12	0,1314	2,12	0,0170
0,14	0,4443	1,14	0,1271	2,14	0,0162
0,16	0,4364	1,16	0,1230	2,16	0,0154
0,18	0,4286	1,18	0,1190	2,18	0,0146
0,20	0,4207	1,20	0,1151	2,20	0,0139
0,22	0,4129	1,22	0,1112	2,22	0,0132
0,24	0,4052	1,24	0,1075	2,24	0,0125
0,26	0,3974	1,26	0,1038	2,26	0,0119
0,28	0,3897	1,28	0,1003	2,28	0,0113
0,30	0,3821	1,30	0,0968	2,30	0,0107
0,32	0,3745	1,32	0,0934	2,32	0,0102
0,34	0,3669	1,34	0,0901	2,34	0,0096
0,36	0,3594	1,36	0,0869	2,36	0,0091
0,38	0,3520	1,38	0,0838	2,38	0,0087
0,40	0,3446	1,40	0,0808	2,40	0,0082
0,42	0,3372	1,42	0,0778	2,42	0,0078
0,44	0,3300	1,44	0,0749	2,44	0,0073
0,46	0,3228	1,46	0,0721	2,46	0,0069
0,48	0,3156	1,48	0,0694	2,48	0,0066
0,50	0,3085	1,50	0,0668	2,50	0,0062
0,52	0,3015	1,52	0,0643	2,52	0,0059
0,54	0,2946	1,54	0,0618	2,54	0,0055
0,56	0,2877	1,56	0,0594	2,56	0,0052
0,58	0,2710	1,58	0,0571	2,58	0,0049
0,60	0,2743	1,60	0,0548	2,60	0,0047
0,62	0,2776	1,62	0,0526	2,62	0,0044
0,64	0,2611	1,64	0,0505	2,64	0,0041
0,66	0,2546	1,66	0,0485	2,66	0,0039
0,68	0,2483	1,68	0,0465	2,68	0,0039
0,70	0,2420	1,70	0,446	2,70	0,0037
0,72	0,2358	1,72	0,0427	2,72	0,0035
0,74	0,2293	1,74	0,0409	2,74	0,0033
0,76	0,2236	1,76	0,0392	2,76	0,0031
0,78	0,2177	1,78	0,0375	2,78	0,0029
0,80	0,2119	1,80	0,0359	2,80	0,0027
0,82	0,2061	1,82	0,0344	2,82	0,0026
0,84	0,2005	1,84	0,0329	2,84	0,0024
0,86	0,1949	1,86	0,0314	2,86	0,0023
0,88	0,1894	1,88	0,0301	2,88	0,0021
0,90	0,1841	1,90	0,0287	2,90	0,0019
0,92	0,1788	1,92	0,0274	2,92	0,0018
0,94	0,1736	1,94	0,0262	2,94	0,0016
0,96	0,1685	1,96	0,0250	2,96	0,0015
0,98	0,1635	2,98	0,0239	2,98	0,0014

Tableau des scores

	couleur					texture					amertume					astringence					gras				
	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E
1	9	7	5	7	7	9	7	7	3	9	9	7	7	7	3	9	9	9	9	9	9	9	9	5	5
2	9	9	9	9	7	7	7	5	1	7	9	7	7	7	5	9	7	7	7	9	7	9	9	7	5
3	5	7	7	5	7	5	3	1	3	5	7	5	5	5	9	5	5	3	3	9	1	3	3	3	7
4	3	3	5	5	5	3	3	5	5	5	5	5	5	5	5	3	5	5	5	5	5	5	5	5	7
5	7	5	7	5	7	3	1	3	3	5	3	1	3	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	5
6	5	5	1	3	7	5	5	1	5	7	5	5	3	5	7	5	5	3	3	7	5	5	5	5	7
7	7	5	7	7	7	5	3	7	5	9	7	7	7	7	7	7	7	9	5	5	5	9	7	7	7
8	5	5	3	5	5	3	3	3	5	3	3	5	5	3	7	7	7	7	7	5	9	3	7	9	9
9	7	7	7	7	7	3	3	5	3	5	5	7	7	7	7	5	5	7	5	5	5	7	5	5	5
10	5	5	3	5	7	5	5	5	5	7	3	3	5	5	7	5	7	5	3	5	7	7	5	5	5
11	5	1	5	1	7	5	3	7	1	9	1	7	7	3	7	7	7	7	3	7	7	5	5	5	7
12	7	7	9	9	10	7	3	3	7	9	9	5	5	7	7	9	7	7	7	7	9	5	9	9	10
13	7	7	7	5	9	7	3	3	3	10	10	10	9	9	9	9	9	7	7	7	7	7	5	5	5
14	7	7	7	7	7	9	9	9	7	7	9	9	9	7	7	7	9	9	7	7	9	9	9	9	7
15	5	3	5	1	1	1	3	5	5	5	5	3	7	3	7	7	3	5	7	5	5	5	5	5	7
16	9	7	7	9	9	5	5	5	7	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
17	9	9	9	9	9	5	7	7	7	9	7	7	7	7	7	10	10	10	10	10	7	7	7	7	7
18	7	5	5	7	5	7	5	5	7	7	9	9	9	9	9	7	7	7	9	9	7	7	7	7	7
19	5	5	7	7	7	5	5	7	7	7	7	7	7	5	7	3	5	7	5	7	7	7	7	7	7
20	9	5	10	10	9	7	5	7	7	7	10	10	10	10	10	9	9	9	9	9	10	10	10	10	10
21	9	9	9	9	9	5	5	7	7	7	9	9	7	7	9	9	9	7	9	7	9	9	7	7	7

Tableau des classements

	couleur					texture					amertume					astringence					gras				
	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E
1	1	3	5	3	3	1,5	3,5	3,5	5	1,5	1	3	3	3	5	3	3	3	3	3	2	2	2	4,5	4,5
2	2,5	2,5	2,5	2,5	5	2	2	4	5	2	1	3	3	3	5	1,5	4	4	4	1,5	3,5	1,5	1,5	3,5	5
3	4,5	2	2	4,5	2	1,5	3,5	5	3,5	1,5	2	4	4	4	1	1,5	4	4	4	1,5	3,5	1,5	1,5	3,5	5
4	4,5	4,5	2	2	2	4,5	4,5	2	2	2	3	3	3	3	3	5	2,5	2,5	2,5	2,5	3,5	3,5	3,5	3,5	1
5	2	4,5	2	4,5	2	3	5	3	3	1	2,5	5	2,5	2,5	2,5	2,5	5	2,5	2,5	2,5	3,5	3,5	3,5	3,5	1
6	2,5	2,5	5	4	1	3	3	5	3	1	3	3	5	3	1	2,5	2,5	4,5	4,5	1	3,5	3,5	3,5	3,5	1
7	2,5	5	2,5	2,5	2,5	3,5	5	2	3,5	1	3	3	3	3	3	2,5	2,5	1	4,5	4,5	5	1	3	3	3
8	2,5	2,5	5	2,5	2,5	3,5	3,5	3,5	1	3,5	4,5	2,5	2,5	4,5	1	2,5	2,5	2,5	2,5	5	2	5	4	2	2
9	3	3	3	3	3	4	4	1,5	4	1,5	5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	5	2,5	2,5	3,5	1	3,5	3,5	3,5
10	3	3	5	3	1	3,5	3,5	3,5	3,5	1	4,5	4,5	2,5	2,5	1	3	1	3	5	3	1,5	1,5	4	4	4
11	2,5	4,5	2,5	4,5	1	3	4	2	5	1	5	2	2	4	2	2,5	2,5	2,5	5	2,5	1,5	4	4	4	1,5
12	4,5	4,5	2,5	2,5	1	2,5	4,5	4,5	2,5	1	1	4,5	4,5	2,5	2,5	1	3,5	3,5	3,5	3,5	2,5	5	4	2,5	1
13	3	3	3	5	1	2	4	4	4	1	1,5	1,5	4	4	4	1,5	1,5	4	4	4	2	2	2	4,5	4,5
14	3	3	3	3	3	2	2	2	4,5	4,5	2	2	2	4,5	4,5	4	1,5	1,5	4	4	2,5	2,5	2,5	2,5	5
15	1,5	3	1,5	4,5	4,5	5	4	2	2	2	3	2,5	1,5	4,5	1,5	1,5	5	3,5	1,5	3,5	4	4	1,5	4	1,5
16	2	4,5	4,5	2	2	4	4	4	2	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
17	3	3	3	3	3	5	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
18	1,5	4	4	1,5	4	2	4,5	4,5	2	2	3	3	3	3	3	4	4	1,5	1,5	1,5	3	3	3	3	3
19	4,5	4,5	2	2	2	4,5	4,5	2	2	2	2,5	2,5	2,5	5	2,5	5	3,5	3,5	3,5	1,5	3	3	3	3	3
20	3,5	5	1,5	1,5	3,5	2,5	5	2,5	2,5	2,5	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
21	3	3	3	3	3	4,5	4,5	2	2	2	2	2	4,5	4,5	2	2	2	2	2	4,5	1,5	1,5	4	4	4
somme R	57,5	70	62	59,5	52	67	81,5	65,5	65	36	58,5	62,5	64	72	56	57	62	61,5	69	61	60,5	58	63	71	62,5
R2	3306	4900	3844	3540	2704	4489	6642	4290	4225	1296	3422	3906	4096	5184	3136	3249	3844	3782	4761	3721	3660	3364	3969	5041	3906

	n	21		
	P	5		
couleur	F1	-29,5		
texture	F2	20,9	critère	9,49
amertume	F3	-1,91		
astringence	F4	-9,29		
gras	F5	1,819		

Tableau : Efficacité d'encapsulation (moyenne \pm écart type)

	Mélange 1 (1 :1)	Mélange 2 (1 :1)	Mélange 3 (1 :1)	Mélange 4 (2 :1)	Mélange 5 (2 :1)	Mélange 6 (2 :1)
EE (%)	4,370 \pm -0,005	6,469 \pm 0,042	9,965 \pm 0,11	19,230 \pm 0,001	12,063 \pm 0,0076	19,406 \pm 0,648