

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés

Mémoire
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

M^{elle} ABBAS Lidya & M^{elle} AMAROUCHE Selma

Thème

Incorporation des extraits du thé vert microencapsulés dans un jus

Soutenue le 03 / 07 /2023

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
M ^{me} IKour ,Kahina	MCA	Université de Bejaia	Présidente
M ^{me} ARKOUB,Linda	MCA	Université de Bejaia	Examinatrice
M ^{me} BEY,Zakia	MAA	Université de Bejaia	Encadrante
M ^{me} BOURICHE,Siham	Docteur	Université de Bejaia	Co-encadrante

Année Universitaire : 2022/2023

Dédicace

Je Dédie ce modeste travail à ma chère maman, qui a veillé à ce que je serai ce que je suis aujourd'hui, qui a tout donné pour me mettre dans les bonnes conditions afin de poursuivre au mieux mes études, et qui m'a soutenu le long de mon parcours et qui ne cesse de me motiver à avancer dans ma vie.

A ma sœur et mon frère qui m'ont aidé et soutenu durant la réalisation de ce travail.

A toute ma famille, mon oncle, ma grand-mère, mes tantes, mes cousins et cousines.

A tous mes amis, et ma promotion.

A ma très chère Selma.

Une dédicace spéciale à l'âme de mon cher grand-père, à qui je dois toutes les reconnaissances pour tout ce qu'il m'a offert, que son âme repose en paix.

Lidya

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux personnes les plus chers au monde mes chers parents

Mon gentil frère Saïd, ma douce sœur Imane

À ma très chère tante Ghania et Malika qui ont été tout le temps à mes côtés, à m'encourager, à m'aider pour avancer dans ma vie

À toutes la famille sans exception, grands-parents, cousins, cousines, oncles, tantes

À mes chères amies Sarah, Lidya

À tous mes camarades de la promotion et aux enseignants de ma faculté

Et à toutes personnes qui me connaît et qui a participé de loin ou de près à la réalisation de ce mémoire

Selma

Remerciements

Nos remerciements vont à Dieu le tout puissant qui nous a donné le courage et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

Nous tenons aussi à remercier notre promotrice M^{me} BEY Zakia, ainsi que notre Co promotrice M^{me} BOURICHE Siham pour leurs précieux conseils et leur orientation.

Nos remerciements sont adressés également é nos chers parents pour leurs soutien et sacrifices consentis è notre égard.

A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réussite de ce travail.

Nous tenons à remercier les membres de jury pour nous avoir fait l'honneur d'examiner et d'évaluer notre modeste travail

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste abréviation

Introduction.....1

Chapitre I : Généralités sur le thé

I.1	Histoire et distribution	2
I.2	Définition	2
I.3	Classification systématique.....	3
I.4	Botanique	3
I.5	Culture du thé.....	4
I.5.1	Conditions géographiques et climatiques.....	4
I.5.2	Plantation et la taille des plans.....	5
I.6	Le thé de la feuille à la tasse	5
I.6.1	Cueillette du thé.....	5
I.6.2	Flétriage ou séchage.....	5
I.6.3	Roulage	6
I.6.4	Fermentation.....	6
I.6.5	Dessiccation.....	7
I.6.6	Triage et Emballage	7
I.7	Composition chimique du thé vert	8
I.8	Les bienfaits du thé sur la santé générale.....	10
I.9	Effets indésirables du thé	11
I.10	Notion de stress oxydatif et de l'activité antioxydante.....	11
I.10.1	Stress oxydatif.....	11
I.10.2	Antioxydants	12
I.10.3	Polyphénols.....	12

Chapitre II : La microencapsulation

II.1	Historique.....	13
II.2	Définition de la microencapsulation.....	13
II.3	Différents types de microparticules.....	14
II.4	Intérêts de la microencapsulation	15
II.5	Domaine d'application de l'encapsulation :	16
II.6	La micro-encapsulation dans le domaine agro-alimentaire	17

II.7	Critères de choix de la formulation et du procédé	18
II.8	Procédés d'encapsulation.....	18
II.8.1	Evaporation de solvant	19
II.8.1.1	Les émulsions	19
Chapitre III : Matériels et méthodes		
III.1	La matière végétale	21
III.2	Extraction des composés phénoliques	21
III.3	La microencapsulation des extraits du thé vert	22
III.4	Dosage des polyphénols totaux et de l'activité antioxydante	23
III.4.1	Dosage des polyphénols totaux.....	23
III.4.2	Dosage de l'activité anti-oxydante par la réduction du radical DPPH.....	24
III.5	Incorporation des extraits du thé vert brut et encapsulé dans un jus de citron frais ..	25
III.5.1	Analyses physico-chimiques.....	26
III.5.1.1	Potentiel d'hydrogène (pH)	26
III.5.1.2	Le Brix.....	26
III.5.2	Analyses microbiologiques.....	26
III.5.2.1	La recherche des levures et moisissures	26
III.5.2.2	Recherche et dénombrement des levures et moisissures	27
III.5.3	Appréciation de la qualité organoleptique du jus de citron :	28
Chapitre IV : Résultats et discussions		
IV.1	Analyse quantitatives.....	29
IV.1.1	Morphologie et taille des microparticules	29
IV.1.2	Dosage des polyphénols totaux.....	30
IV.1.3	Test de piégeage de radical DPPH	30
IV.1.4	Analyses physicochimiques du jus incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés	33
IV.1.4.1	Analyse du pH.....	33
IV.1.4.2	Analyses du degré Brix	34
IV.1.5	Analyse microbiologique du jus incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés	35
IV.1.6	Analyse sensorielle par observation	35
	Conclusion.....	36
Références bibliographiques		
Annexes		
Résumé		

Liste des figures

Figure 1: plante Camellia Sinensis [10].	2
Figure 2: Fleur de la plante du thé [12].	3
Figure 3: La cueillette manuelle du thé [12].	5
Figure 4: Le flétrissage traditionnel sur plateau en bambou [12].	6
Figure 5: Le roulage du thé [12].	6
Figure 6: Les principales étapes du traitement des feuilles du théier après récolte [15].	7
Figure 7: Structure des principaux Catéchines du thé [15].	10
Figure 8: Représentation schématique d'une microcapsule et d'une microsphère [39].	14
Figure 9: Les différents types d'émulsions [70].	19
Figure 10: Schéma du procédé de microencapsulation par évaporation de solvant (émulsion double) [4].	20
Figure 11: Photographies de procédé de l'extraction des polyphénols.	21
Figure 12: Photographies du procédé de la microencapsulation.	22
Figure 13: La réduction du DPPH [77].	25
Figure 14: Jus de citron incorporé des extraits du thé non encapsulé.	25
Figure 15: Jus de citron incorporé des extraits du thé encapsulé.	26
Figure 16: Photographies de l'extrait du thé non encapsulé (a) et l'extrait du thé encapsulé (b).	29
Figure 17: Images microscopiques des microparticules de PLA contenant des extraits du thé, aux grossissements x10 (a) et x40 (b).	29
Figure 18: Tailles des microparticules de PLA contenant des extraits du thé.	29
Figure 19: Piégeage du radical libre DPPH en fonction de la concentration de l'extrait de thé vert.	31
Figure 20: Piégeage du radical DPPH au cours de 24h.	32
Figure 21: Largage des polyphénols au cours de 24h.	32
Figure 22: pH du jus incorporé en fonction de la période de conservation.	33
Figure 23: Le degré Brix du jus exprimé en fonction de la période de conservation.	35

Liste des tableaux

Tableau 1: Classification systématique de <i>Camellia Sinensis</i>	3
Tableau 2: Composition chimique de la feuille de thé, exprimée en pourcentage massique par rapport au poids sec des feuilles de thé [1].....	8
Tableau 3: Teneurs des composés de l'infusé de thé vert exprimées en pourcentage massique par rapport au poids sec [1].....	9
Tableau 4: Exemples de composés encapsulés par domaine d'application [51].....	16
Tableau 5: Intérêts de l'encapsulation dans le domaine alimentaire.	17
Tableau 6: Classification des techniques d'encapsulation [51].....	18
Tableau 7: Tableau récapitulatif des germes recherchées dans les jus	27
Tableau 8: Teneurs du thé vert en polyphénols.	30

Liste des abréviations

DCM : Dichlorométhane

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl

E/H : Emulsion Eau dans l'huile

E/H/E : Emulsion Eau dans l'Huile dans l'Eau

EAG : équivalent acide gallique

EC : Epicatéchine

ECG : Epicatéchine-3-gallate

EGC : Epigalocatéchine

EGCG : Epigalocatéchine-3-gallate

H/E : Emulsion Huile dans l'Eau

H/E/H : Emulsion Huile dans l'Eau dans l'Huile

HLB : Hydrophilic-lipophilic balance

IC 50 : Concentration d'inhibition de 50%

PI : Pourcentage d'inhibition

PLA : Polyacide lactique

PVA : Alcool polyvinylique

W₁ : Water 1

W₁/O : Water 1 in Oil

W₁/O/W₂ : Water 1 in Oil in Water 2

W₂ : Water 2

INTRODUCTION

Introduction

Le thé constitue l'une des denrées alimentaires les plus consommées au monde [1], sa consommation apporte divers bienfaits, ça permet d'étancher la soif, de dissiper la stagnation des aliments non digérés dans l'estomac et de guérir de certaines maladies [2].

Les chercheurs s'intéressent à l'étude des propriétés du thé pas seulement pour ses bienfaits sur la santé humaine, mais aussi parce qu'il représente l'une des plantes qui renferment des métabolites secondaires classés en plusieurs grands groupes à savoir les composés phénoliques qui regroupent une diversité de composés possédant une très large gamme d'activités biologiques. Les catéchines provenant de la famille des flavonoïdes sont les principaux métabolites secondaires du thé qui lui confère une activité antioxydante avérée [1] d'ailleurs elles ont été incorporées dans divers aliments y compris pain, gâteaux, biscuits, yaourts, viennoiseries.

Les composés phénoliques deviennent malgré leurs différents avantages, très sensibles et instables s'ils sont exposés à la chaleur, à la lumière et à l'oxygène, d'où la nécessité de les protéger contre ces facteurs par encapsulation [3].

L'encapsulation est une technologie qui rassemble un ensemble de procédés permettant d'obtenir des microcapsules [4] constituées d'un matériau enrobant contenant un principe actif [5], ces dernières permettent la protection des molécules actives contre les effets délétères de l'environnement extérieur et leur libération contrôlée et prolongée [6].

L'objectif de notre travail est l'incorporation des extraits phénoliques bruts non encapsulés et encapsulés dans un jus de citron frais dans le but de prolonger la durée de vie du produit et de contrôler la libération des molécules d'intérêt pendant une période de stockage.

Le présent travail est subdivisé en deux parties :

La synthèse bibliographique qui comporte deux chapitres, le premier consiste à développer des généralités sur le thé et le deuxième se comporte sur l'encapsulation, son intérêt et ses procédés de réalisation.

Et dans la partie expérimentale, une explication des différents protocoles réalisés et la discussion des résultats ont été tenus.

Ce travail a été terminé par une conclusion générale et quelques perspectives.

CHAPITRE I :
GÉNÉRALITÉS SUR LE
THÉ

I.1 Histoire et distribution

L'histoire du thé en Chine a commencé lorsque l'érudit botaniste Shen Nung s'assoupit devant un arbre avec de l'eau bouillie, lui qui considérait l'eau bouillie comme une méthode d'améliorer la qualité de vie et d'hygiène. A son réveil, il trouva son eau teintée d'une jolie couleur ambrée par les feuilles de l'arbuste, cette boisson lui révéla être plus tonifiante et revitalisante. C'est à partir de là qu'il décide de développer les jardins de thé.

En Inde comme au Japon, le thé était connue grâce à ses propriétés détournantes de somnolence et stimulante d'esprit et de concentration pendant de longue méditations.

Malgré les diverses légendes, il semble que les 1^{ers} théiers sauvages aient été retrouvés en Chine, dans la région située aux confins de la Birmanie, du nord-Vietnam et du Yunnan. Ce sont d'ailleurs les chinois qui l'on exporté en 1^{er} vers les Mongoles, les Turcs, les Tartares, et les nomades Tibétains.

En Europe, le thé est importé en 1^{er} par les Hollandais et par La compagnie des Indes occidentales en 1610 à partir de Conton, puis il s'est répandu dans les autres pays à savoir l'Angleterre, la Suisse et la France [7].

I.2 Définition

Le thé provenant de la plante, *Camellia Sinensis*, est reconnu pour sa concentration considérable en polyphénol, cette boisson d'origine chinoise prend racine dans les plus vieilles traditions de l'orient, et ce, depuis l'Antiquité. Le thé représente maintenant la boisson la plus consommée au monde après l'eau [8],[9].



Figure 1: plante *Camellia Sinensis* [10].

I.3 Classification systématique

Le thé vert, *Camellia* est classé comme suit [7],[11] :

Tableau 1: Classification systématique de *Camellia Sinensis*.

Règne	Cormophytes
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Dilnudae primitives
Taxon	Asteridae
Ordre	Guttifères
Famille	Théacées
Genre	<i>Camellia</i>
Espèce	<i>Sinensis</i> .

I.4 Botanique

Le théier est un arbre très rameux, qui, à l'état sauvage peut atteindre 10 à 15 mètres de haut, voir 30 mètres pour certaines variétés, une hauteur qui doit être réduite en taillant l'arbre à 1,50 mètres pour faciliter la cueillette et la croissance des bourgeons. [2],[7].

Ses fleurs, sont d'une taille qui peut aller jusqu'à 3 centimètres, elles sont odorantes, axillaires et solitaires. Il existe trois formes de fleurs, dialypétales (les pétales sont indépendants entre eux), pentamères (formés de 5 pétales), actinomorphes (l'agencement des pièces florales est symétrique par rapport à l'axe de la fleur).



Figure 2: Fleur de la plante du thé [12].

Une corolle spiralée est formée à partir des pétales légèrement adhérents à la base. Le calice formé de 5 sépales est également spiralé. Ces fleurs donnent un fruit renfermant une ou deux graines oléagineuses, ex albuminées, entourées d'un tégument sans arille [2].

Les feuilles sont de 5 à 14 centimètres de longueur et de 1,9 à 5 centimètres de largeur, persistantes et molles si elles sont jeunes, elles deviennent glabres lorsqu'elles sont âgées [13].

La couleur des feuilles est d'un vert brillant à la face supérieure, et mate, d'un vert plus clair à la face inférieure [14].

I.5 Culture du thé

I.5.1 Conditions géographiques et climatiques

- La qualité des feuilles du théier dépend des caractéristiques des sols de culture et des conditions climatiques :
 - Pour que la racine centrale du théier se fixe en profondeur du sol, ce dernier doit être acide et meuble et il ne doit être ni calcaire ni argileux. Il est aussi préférable qu'il soit en pente afin d'éviter la stagnation de l'eau.
 - Les régions tropicales et subtropicales sont les mieux placées pour la culture du théier, car à une altitude de 1000 à 2500m les conditions du climat optimal au développement de l'arbuste sont présentes, à savoir :
 - Une T° entre 10°C et 15°C (le théier meurt en dessous de -5°C).
 - Des nuits fraîches.
 - Un ensoleillement de 5 heures par jours.
 - Des vents réguliers.
 - Des précipitations nocturnes de 200m³ par mois.

Les montagnes de la province du Yunnan en Chine, de Darjeeling au nord de l'Inde, du Ceylan (Sri Lanka), ou encore du Konya sont les plus choisies pour la culture du théier, mais pour permettre une mécanisation de la récolte, les plantations ont tendance à être délocalisées en plaine.

I.5.2 Plantation et la taille des plans

Avant d'être plantés en terre, les théiers sont cultivés à partir de semences ou de boutures croissant en pépinière pendant 2 ans. Ces plantations sont appelées jardins et s'étendent sur plusieurs hectares.

Pour faciliter l'accès aux feuilles, limiter la floraison et augmenter le nombre de bourgeons, la hauteur des théiers est réduite en les taillants [13].

I.6 Le thé de la feuille à la tasse**I.6.1 Cueillette du thé**

La cueillette du thé se fait toujours à la main, car les feuilles doivent être tirées l'une après l'autre et non pas arrachées par poignée. La qualité du thé est déterminée par le nombre de feuille cueillis à chaque passage. Les différents types du thé (vert, noir, long) sont caractérisés par le traitement des feuilles pendant le processus de fabrication, où elles subissent différentes étapes de transformation.



Figure 3: La cueillette manuelle du thé [12].

I.6.2 Flétrissage ou séchage

C'est une étape qui permet de réduire la teneur des feuilles en eau jusqu'à 60%, en les étalant sur des plateaux de séchage, des claies, des toiles ou des treillis métalliques, où elles sont exposées à un courant d'air (chaud ou froid) pendant 24 heures.

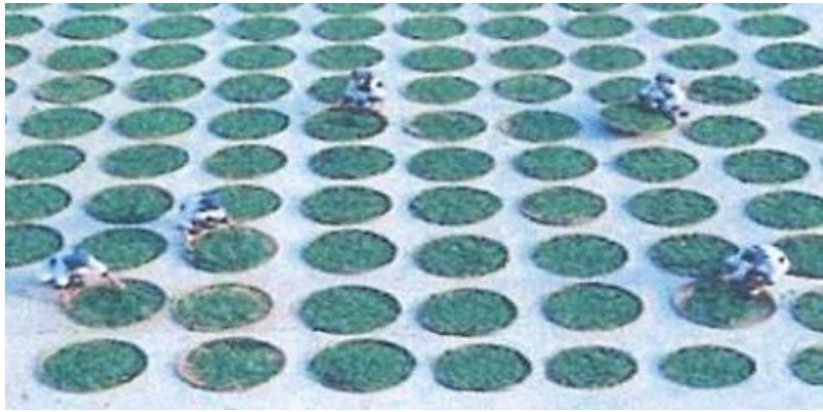


Figure 4: Le flétrissage traditionnel sur plateau en bambou [12].

I.6.3 Roulage

Cette étape permet dans le cas du thé vert et ou long de donner une forme de bâtonnet aux feuilles, et dans le cas du thé noir elle permet de rompre la paroi cellulaire des feuilles, et donc de libérer des enzymes polyphénoloxydase et peroxydase qui vont oxyder les polyphénols à l'issue de cette étape qui dure 30 à 40 min, les feuilles sont triées en retirant les tiges et les débris végétaux.

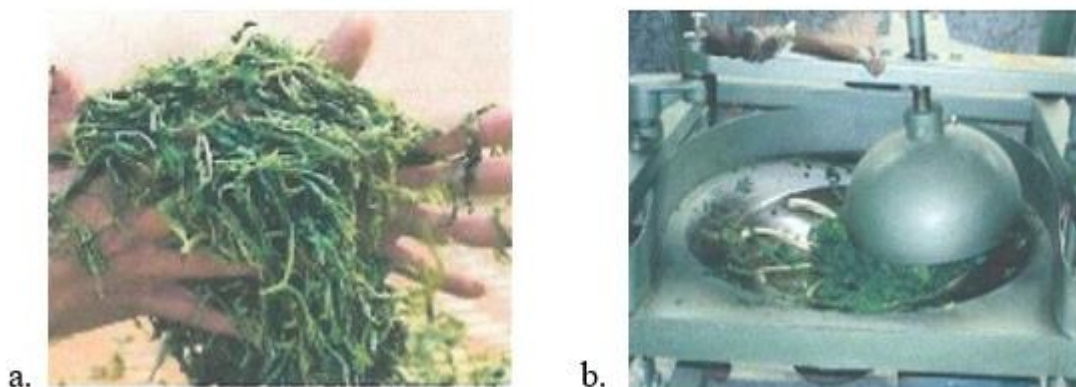


Figure 5: Le roulage du thé [12].

- a. Roulage à la main
- b. Roulage mécanique

I.6.4 Fermentation

Le processus d'oxydation de la feuille a lieu pendant cette étape dans les conditions suivantes : une température de 25°C et un degré hygrométrique de 95 à 98%.

Elle dure 3 à 4 heures dans le cas du thé noir, et elle conduit à un groupe polydispersé de composés polymériques appelés théarubigines et théaflavines.

Dans le cas du thé oolong elle dure 1 à 2 heures, et elle permet d’obtenir un mélange des polyphénols monomériques et des molécules de théaflavines.

I.6.5 Dessiccation

Le but de cette étape n’est pas le même pour les 3 types du thé :

- Pour le thé vert, elle permet d’atteindre 5 à 6% d’eau en séchant les feuilles avec de l’air chaud pendant 2 à 3min avec alternance de période de 30min de repos.
- Pour le thé noir et oblong, elle permet de stopper la fermentation en effectuant un séchage avec courant d’air chaud et sec (85°C à 90°C), puis ajuster la teneur en eau des feuilles à une valeur inférieure à 5%.

I.6.6 Triage et Emballage

Les feuilles sont triées selon la taille par tamisage, puis conservées et emballées à l’abri de l’humidité, car elles sont sensibles à l’humidité ambiante et aux odeurs extérieures qu’elles fixeraient rapidement [11],[14].

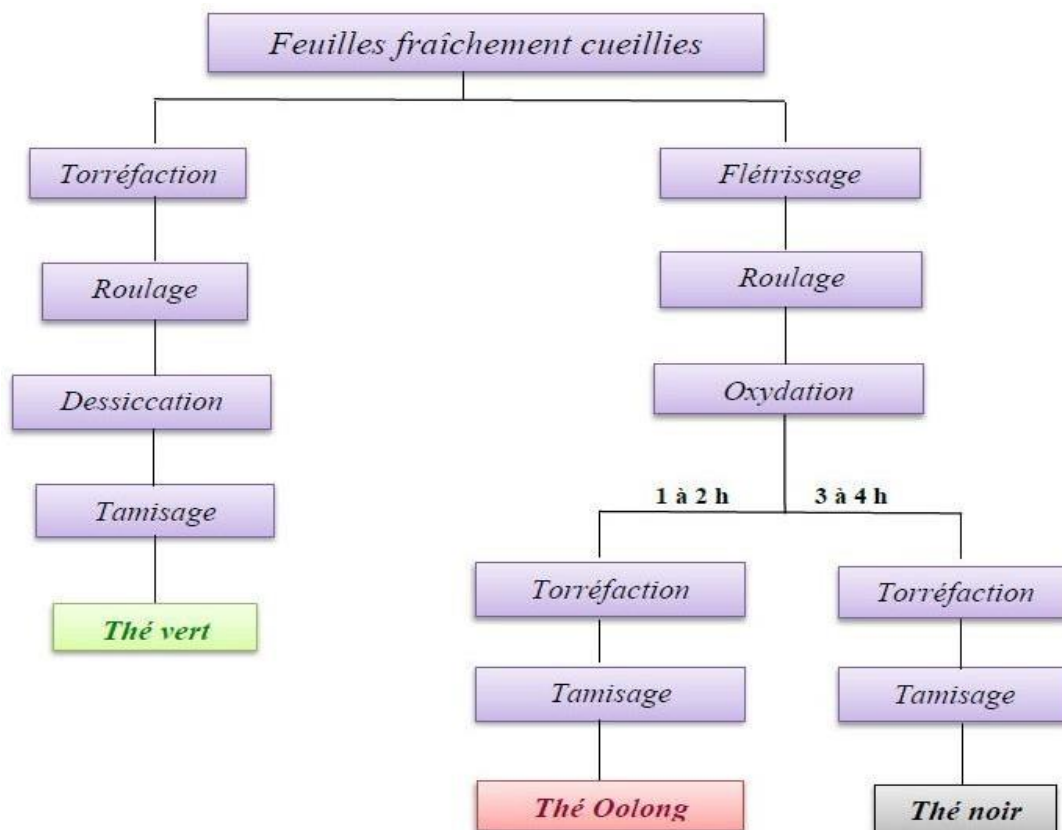


Figure 6: Les principales étapes du traitement des feuilles du théier après récolte [15].

I.7 Composition chimique du thé vert

La composition chimique de la feuille du thé est résumée dans le tableau (2) :

Tableau 2: Composition chimique de la feuille de thé, exprimée en pourcentage massique par rapport au poids sec des feuilles de thé [1].

Composés de la feuille fraîche de thé	Pourcentage de la matière sèche (%)
Polyphénols	20% à 36%
Flavanols	25%
Acides phénols	3%
Caféine	2% à 4% ou plus
Théophylline	0,02% à 0,04%
Théobromine	0,15% à 0,2%
Glucides	5%
Protéines	15%
Acides aminés	3% à 4%
Lipides	2% à 3%
Minéraux	3% à 5%
Cellulose	7%
Caroténoïdes	<0,1%
Chlorophylle	0,5%
Composés volatils	0,01% à 0,02%
Cendres	5%

Le tableau (3) rapporte la composition chimique de l'infusé du thé :

Tableau 3: Teneurs des composés de l'infusé de thé vert exprimées en pourcentage massique par rapport au poids sec [1].

Composés chimiques de l'infusé	Pourcentage (%)
flavanols	30% à 40%
Le gallate d'épigallocatechine (EGCg)	10% à 15%
Le gallate d'épicatéchine (ECg)	3% à 10%
L'épigallocatechine (EGC)	3% à 10%
L'épicatéchine (EC)	1% à 5%
Flavonols	2% à 10%
Acides phénoliques	3% à 5%
Caféine	3% à 6%
Protéines	6%
Théanine	3%
Potassium	5%
Minéraux et cendres	5% à 8%

Les polyphénols : les polyphénols représentent le composé le plus important du thé vert [16]. Ils sont considérés comme des métabolites secondaires végétaux qui peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes, car ils interviennent dans leur interaction avec l'environnement [17].

De multiples vertus thérapeutiques, pharmaceutiques, cosmétologique et agroalimentaires sont attribuées aux polyphénols, ils jouent un rôle très important dans la lutte contre les cancers, les maladies cardiovasculaires et la peroxydation lipidique [18].

Les polyphénols du thé font partie de la classe des flavonoïdes plus précisément les catéchines, qui sont des composés hydrosolubles incolores, d'où vient l'astringence du thé [19].

Il existe 4 principales catéchines retrouvées dans le thé :

- L'épigallocatechine-3-gallate (EGCG) qui constitue 59% des catéchines totales.
- L'épigallocatechine (EGC) à 19% des catéchines totales.
- L'épicatéchine-3-gallate (ECG) à 13,6%.
- L'épicatéchine (EC) à 6,4% [20].

Les différentes Catéchines sont représentées dans la figure (7) :

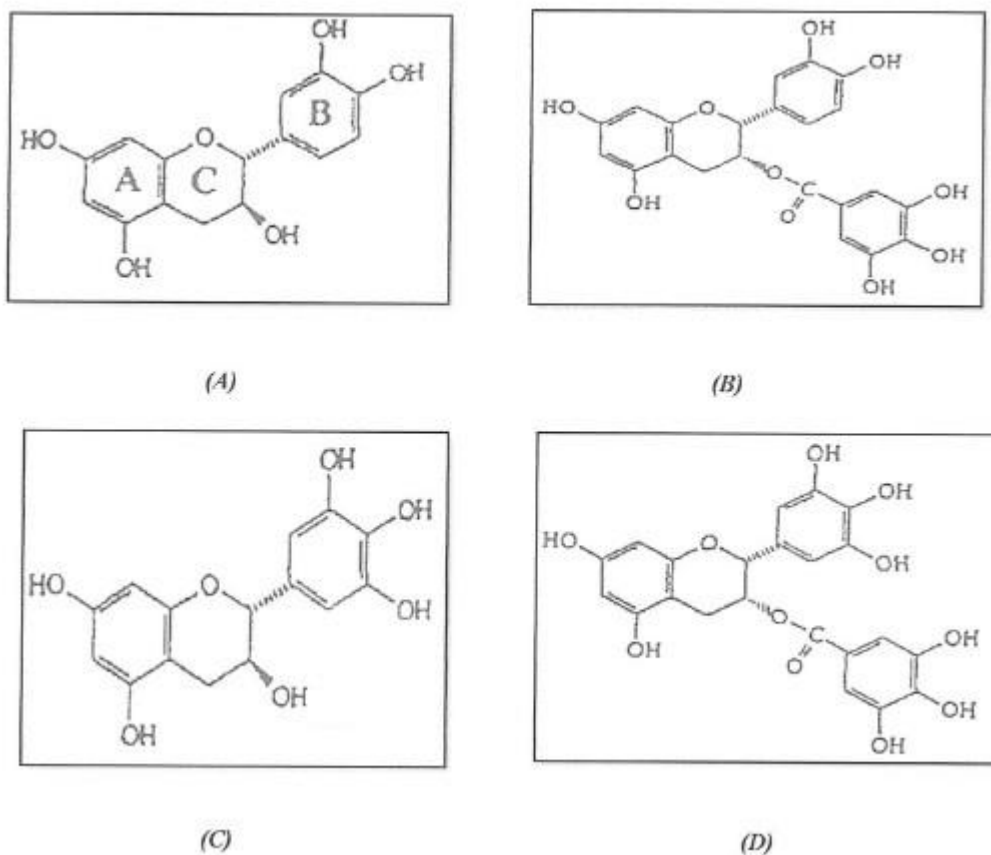


Figure 7: Structure des principaux Catéchines du thé [15].

- A. EC
- B. EC_g
- C. EGC
- D. EGC_g

L'EGCG est la catéchine la plus abondante du thé, et il a été recensé qu'elle représente la molécule du thé vert possédant le plus grand pouvoir antioxydant et donc la molécule la plus bioactive du thé [21].

I.8 Les bienfaits du thé sur la santé générale

Le thé contient plusieurs composantes pouvant agir sur la santé humaine, plus spécifiquement les bases xanthiques, les huiles essentielles et les polyphénols [20], mais les propriétés biologiques des polyphénols engendrées par leurs activités anti-inflammatoires, anti-mutagéniques, anti-oxydantes et antimicrobiennes font de lui la composante la plus intéressante du thé [20],[22],[23].

Plusieurs bienfaits du thé vert et de ses composantes ont été révélés suite à la réalisation d'études épidémiologiques et cliniques :

- Réduction du risque et de la gravité de nombreuses conditions pathologiques et maladies systémiques [24] incluant les cancers (peau, poumon, estomac, prostate, ovaires et sein...) [22].
- Prévention des maladies cardiovasculaires par le potentiel antioxydant du thé [21], en diminuant la tension artérielle, en assurant un meilleur fonctionnement des cellules endothéliales et en interférant avec la modification oxydative du cholestérol en lipoprotéines de basse densité (LDL) [25].
- Prévention et traitement de certaines maladies de nature inflammatoire comme l'arthrite rhumatoïde par des molécules constituées à partir des polyphénols du thé [26].
- Contrôle de l'obésité [27], du diabète [28], et de certaines maladies neurodégénératives comme l'Alzheimer et le Parkinson [29],[30].
- Augmentation de la densité minérale osseuse [31].
- La prévention et le traitement de diverses affections buccales, plus particulièrement en ce qui a trait à l'halitose buccale, à la carie dentaire et à la maladie parodontale [21].

I.9 Effets indésirables du thé

- La consommation excessive du thé réduit l'absorption du fer par l'organisme, il est même déconseillé d'en boire aux personnes anémiques.
- Les polyphénols présents dans le thé et dans les minéraux contenus dans l'eau provoquent le jaunissement des dents.
- La caféine du thé a le même résultat que celle du café : insomnies et palpitations cardiaques [32].

I.10 Notion de stress oxydatif et de l'activité antioxydante

I.10.1 Stress oxydatif

Le stress oxydatif est défini comme étant un phénomène de déséquilibre entre la production des espèces radicalaires et les capacités de défense antioxydante, de l'organisme [32], un équilibre est maintenu dans les circonstances quotidiennes normales, où la production des radicaux libres est parfaitement maîtrisée par les systèmes de défense et on dit que la balance antioxydant/proxydant est en équilibre [33].

I.10.2 Antioxydants

Les antioxydants sont des composés chimiques qui ont la capacité de maintenir la qualité et d'augmenter la durée de vie d'un produit alimentaire grâce à leurs fonctions qui permettent, la réduction des dommages causés par les radicaux libres dans l'organisme, la diminution efficace des rancissements, et le ralentissement de la peroxydation lipidique sans effet sur les propriétés sensorielles et nutritionnelles du produit [32].

I.10.3 Polyphénols

Les polyphénols sont des antioxydants naturels non enzymatiques, connus comme étant des molécules organiques hydrosolubles largement retrouvées dans le règne végétal. Ils possèdent des propriétés antioxydantes et un pouvoir dans la prévention des diverses pathologies associées au stress oxydant. Ils sont doués de piéger les espèces radicalaires et de chélater les métaux de transition comme le fer et le Cuivre qui permettent de catalyser l'oxydation. [Des effets anti-inflammatoires, anti-thrombotiques et anti-cancérogènes sont appropriés au polyphénols, car ils interagissent avec des cibles protéiques (enzymes, signalisation intracellulaires, récepteurs nucléaires...) [32],[34].

CHAPITRE II :

LA

MICROENCAPSULATION

II.1 Historique

Le principe d'encapsulation est utilisé depuis de nombreuses années, les premiers tests sur la microencapsulation remontent à 1931 avec deux chercheurs chimistes spécialistes des systèmes colloïdaux Bungenburg de Jong et Kass ayant découvert le phénomène de microencapsulation basé sur la méthode de la coacervation par la gélatine dans le domaine cosmétique [35]. Mais c'est dans les années 1950, qu'ont été développés les premiers produits encapsulés grâce aux travaux de Green et Schleicher sur la fabrication du papier autocopiant sans carbone, sur lequel était fixé des microcapsules contenant de l'encre. Sous l'effet d'une pression, les capsules s'ouvraient, libérant ainsi les actifs protégés [36]. Ainsi au milieu des années 1970, la micro encapsulation est devenue de plus en plus populaire dans l'industrie pharmaceutique [37]. Dans les années qui suivirent, l'accumulation des connaissances scientifiques a entraîné une augmentation du nombre d'articles scientifiques et de brevets publiés [35].

Aujourd'hui, les applications d'encapsulations ont permis de développer de nombreux produits destinés à des secteurs d'activités aussi divers et variés tels que les industries chimiques, agroalimentaires (par exemple les composés alimentaires tels que les arômes, les édulcorants ou les colorants), pharmaceutiques comme les systèmes de libération d'agents médicamenteux [41], cosmétiques, nutraceutiques, l'agriculture, la peinture [38]. Aussi le domaine d'électronique, détergences, imprimerie [39]. Et le domaine de textiles et les engrais [40].

II.2 Définition de la microencapsulation

La microencapsulation regroupe l'ensemble des technologies, par lesquels il est possible de produire des microparticules individualisées de taille micrométrique varie de $1\mu\text{m}$ à 1mm, généralement sphériques ou ovoïdales [42]. Son principe est de piéger jusqu'à 90% d'une matière active au sein d'un matériau support bien adapté [35].

Les substances à encapsulées peuvent être liquides, solides ou gazeuse [43]. Ce sont souvent des principes actifs sensibles ou instables à certains facteurs environnementaux ayant une action ciblée, ou bien des substances dont on souhaite modifier l'état [38].

Les microparticules peuvent contenir des composés d'origine varié : principes actifs pharmaceutiques, actifs cosmétiques, additifs alimentaires, arômes, encres, micro-organismes [6].

Les matériaux enrobants quant à eux, sont essentiellement des polymères d'origine naturelle (la gélatine, l'amidon) ou synthétique (polyoléfines, polycaprolactone) ou cellulosique (éthylcellulose, hydroxypropylcellulose) et des lipides et cires minérales (la cire d'abeille, glycéride) [44].

II.3 Différents types de microparticules

De nombreuses méthodes d'encapsulation ont été développées afin de s'adapter à divers types de substances actives et matériaux enrobants. Ces différentes méthodes permettent d'obtenir des particules aux caractéristiques variées (taille, épaisseur de la paroi, perméabilité) permettant de moduler la libération de la substance active [45].

Les microparticules obtenues présentent deux types de morphologies :

- Les microsphères : sont de forme sphérique [46], est un réseau moléculaire ou lipidique continu constituant une matrice dans laquelle la substance active est finement dispersée à l'état de molécules, de fines particules solides ou encore de gouttelettes de solutions [47].
- Les microcapsules : sont des systèmes réservoirs sphériques [39], leur structure est constitué d'un cœur de substance active liquide (plus ou moins visqueux) ou solide, entourée d'une enveloppe continue de matériau enrobant [38].

La figure (8) montre la différence d'une microcapsule et une microsphère.

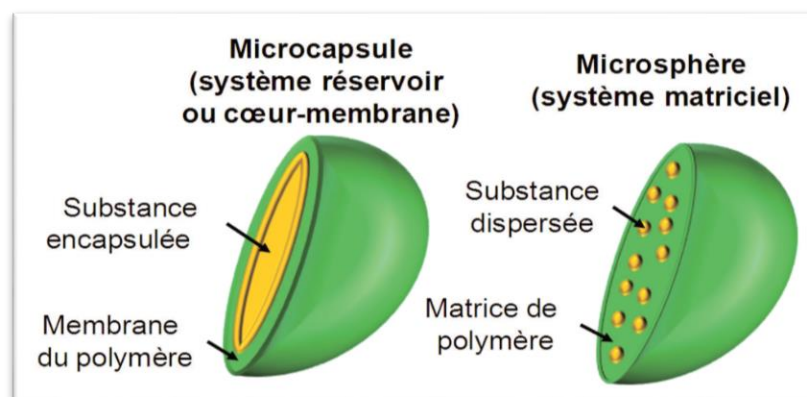


Figure 8: Représentation schématique d'une microcapsule et d'une microsphère [39].

Les taux d'encapsulation (masse de matière active/masse de microparticules) sont plus intéressants dans les microcapsules qui est de l'ordre de 85 à 90%, tandis qu'ils sont moins importants dans les microsphères, il est de l'ordre de 20 à 35% [6].

II.4 Intérêts de la microencapsulation

Sur le plan industriel, la microencapsulation est mise en œuvre pour remplir les objectifs suivants : assurer la protection, la comptabilité et la stabilisation d'une matière active dans une formulation. Elle permet d'améliorer la présentation d'un produit ou encore de masquer une odeur ou un goût désagréable. Enfin, l'encapsulation peut modifier et maîtriser le profil de libération d'une substance active pour obtenir, par exemple, un effet prolongé ou déclenché [48].

Le recours à des procédés de microencapsulation pour l'encapsulation de matière active peut être justifié par différents objectifs :

➤ ***Immobiliser ou isoler :***

Cet objectif résulte souvent du désir de vouloir limiter le contact entre la matière active et son environnement. L'encapsulation peut servir par exemple à incorporer le principe actif dans un système non compatible.

➤ ***Protéger :***

De nombreux composés actifs sont fragiles et doivent être protégés du milieu extérieur, l'encapsulation permet leur protection vis-à-vis des contraintes appliquées pour conserver leurs propriétés [35]. L'encapsulation permet également d'isoler les matériaux fonctionnels photosensibles ou sensibles à l'oxygène de l'environnement extérieur, ce qui confère au contenu encapsulé une durée de vie plus longue [49].

➤ ***Contrôler la libération :***

Dans la majorité des cas, le but d'encapsulation est d'obtenir une libération contrôlée et ciblée des principes actifs [50].

➤ ***Structurer :***

La microencapsulation permet la transformation de l'aspect de la substance passant de l'état liquide à l'état solide, ce procédé facilite le transport des produits d'origine liquide qui peuvent fuir ou s'évaporer du contenant [49].

II.5 Domaine d'application de l'encapsulation :

Il y a de nombreuses possibilités pour utiliser l'encapsulation comme technique d'obtention des produits à haute valeur ajoutée, en effet elle présente un très large champ d'applications. Le tableau (4) présente quelques exemples de composés encapsulés classés par domaine d'application.

Tableau 4: Exemples de composés encapsulés par domaine d'application [51].

Domaine d'application	Exemples de composés encapsulés
Pharmacie et médical	Antibiotiques, contraceptifs, enzymes, vaccins, bactéries, vitamines, minéraux, antigènes, anticorps.
Cosmétique	Parfums, huiles essentielles, anti transpirants, agents bronzants, crèmes solaires, colorants capillaires, baume démêlants.
Alimentaires	Huiles essentielles, graisses, épices, arômes, colorants, enzymes, levures, micro-organismes.
Agriculture	Herbicides, insecticides, engrais, répulsifs.
Biotechnologies	Enzymes immobilisées, microorganismes, cellules vivantes, cellules artificielles, culture tissulaires, composés nutritionnels.
Chimie	Catalyseurs, enzymes, additifs pour plastique, inhibiteurs de corrosion, retardateurs d'incendie, colorants et pigments, agents UV protecteurs, agents lubrifiants.
Détergents	Adoucissants, antistatiques, agents décolorants, agents moussants, silicones, cires, détachants.
Textile	Colorants, pigments, bactéricides, fongicides, répulsifs d'insectes, agents antistatiques, retardateurs d'incendies, agents imperméabilisants, adhésifs, composés bioactifs médicaux, composés bioactifs cosmétiques.
Graphismes et impression	Colorants, pigments, révélateurs, cristaux liquides, toners, composés photosensibles.
Photographie	Halogénures d'argent, pigments, colorants, composés photopolymérisables, révélateurs pour photographies couleurs, plastifiants.
Electronique	Cristaux liquides, matériaux semi-conducteurs, adhésifs, agents de séchage, retardateurs de flammes, antistatiques.
Traitements des déchets	Microorganismes, détoxifiants, déchets liquides (solidification), déchets industriels à risques, déchets radioactifs.

II.6 La micro-encapsulation dans le domaine agro-alimentaire

La micro-encapsulation est notamment utilisée dans le domaine alimentaire afin d'enrichir des aliments en vitamines, minéraux, probiotiques, acides gras et antioxydants [52], et pour des additifs alimentaires, tels que des arômes, des édulcorants, des colorants.

La micro-encapsulation permettra de masquer les odeurs et les goûts, protéger les matériaux encapsulés de l'humidité, la chaleur, ainsi de prolonger la durée de conservation et ajuster la saveur alimentaire [40].

Le tableau (5) résume différents composés encapsulés qui ont été effectués par plusieurs chercheurs dans le domaine alimentaire et l'intérêt de l'encapsulation.

Tableau 5: Intérêts de l'encapsulation dans le domaine alimentaire.

Composés encapsulés	Intérêts de l'encapsulation	Références
Les bactéries probiotiques	-Améliorer la viabilité au cours des procédés de fabrication alimentaire.	[53]
	-Permettre une libération ciblée au niveau du tractus gastro-intestinal.	[54]
Les caroténoïdes (lutéine et lycopène)	-Améliorer la stabilité vis-à-vis de la lumière, de l'humidité et de la température.	[55]
	- Permettre la dispersion du lycopène en milieu aqueux.	[56]
Acides gras (oméga 3) (l'huile de microalgue, l'huile de thon)	-Augmenter la stabilité des acides gras vis-à-vis de l'oxydation.	[57]
		[58]
Bactéries (complément alimentaire animal Biacton® par la société Bioarmor)	-Améliorer la survie au cours de l'élaboration de l'aliment et pendant la période de conservation.	[5]
Vitamines E et C (jus d'orange)	-Protéger contre la lumière, la chaleur ou encore l'oxygène.	[59]
		[60]
		[61]
L'Huile de poisson	-Masquer le goût. -Permettre de retarder et minimiser les dégradations oxydatives.	[62]
L'Huile d'ail	-Diminuer l'évaporation.	[63]
L'Huile d'arbre à thé	-Permettre une libération prolongée.	[64]
Les Arômes	-Transformer des composés liquides en poudres.	[65]
	-Manipuler et fournir une protection contre l'oxydation et l'évaporation.	
	-Permettre une libération contrôlée.	[66]
	-Permettre une résistance contre la congélation	

II.7 Critères de choix de la formulation et du procédé

Les domaines d’application d’encapsulation sont très larges et diversifiés. Chaque procédé d’encapsulation est conforme à des critères bien définis. Ainsi le choix d’une technologie dépendra de la nature du principe actif à encapsuler, la granulométrie recherchée (taille des particules), de l’application industrielle visée (cosmétique, pharmaceutique, agroalimentaire, peinture...), de la vitesse et des conditions de libération envisagées, des rendements d’encapsulation nécessaires, mais également des contraintes de fabrication et de coût [48].

Aussi le formulateur devra tenir compte de :

- La forme physique finale : dispersion de microparticules en phase aqueuse ou en phase solvant, poudre sèche.
- Les contraintes de stabilités lors du stockage et de la mise en œuvre.
- Les conditions et la cinétique de libération.
- Les contraintes liées au domaine d’application et au mode d’administration [44].

II.8 Procédés d’encapsulation

L’étendue des procédés d’application de la microencapsulation étant variés, il est nécessaire de les classer afin de faire un choix approprié lorsque l’on doit résoudre un problème de formulation dans ce domaine. Ils existent plusieurs classifications, toutes également valables. Une classification intéressante tenant compte du principe de la microencapsulation, permet de répartir les procédés de microencapsulation en trois groupes On distingue :

- Les procédés mécaniques.
- Les procédés chimiques.
- Les procédés physicochimiques [44].

Les techniques d’encapsulation sont classées dans le tableau (6).

Tableau 6: Classification des techniques d'encapsulation [51].

Procédés mécaniques	Procédés chimiques	Procédés physico-chimiques
-Nébulisation/Séchage	-Polycondensation	-Coacervation (simple ou complexe)
-Enrobage en lit fluidisé	interfaciale	-Evaporation/Extraction de solvant
-Gélification ou congélation de gouttes	-Polymérisation interfaciale	-Gélification thermique
-Extrusion/Sphéronisation	-Polymérisation en milieu dispersé	

Dans cette étude nous nous sommes intéressés uniquement à un des procédés physico-chimiques : L'encapsulation par évaporation de solvant avec double émulsion.

II.8.1 Evaporation de solvant

Cette méthode est basée sur l'emploi d'émulsion simple et double [67].

II.8.1.1 Les émulsions

Les émulsions sont omniprésentes dans différentes industries telles que l'alimentaire, cosmétique, chimique ou encore dans le pharmaceutique. Elles permettent d'obtenir des textures et des propriétés spécifiques dans un produit. Les gouttelettes présentes dans une émulsion peuvent interagir avec d'autres composés afin de créer de nouvelles structures et assurer la diffusion de principes actifs [68].

a. Définition de l'émulsion :

Une émulsion est un mélange hétérogène, se définit comme la dispersion de deux substances non miscibles, l'une étant dispersée sous forme de petites gouttelettes dans l'autre tels que l'eau (phase hydrophile) et l'huile (phase lipophile), qui sont deux liquides qui ne se mélangent pas spontanément, mais qui vont grâce à l'ajout d'un tensioactif se mélanger et avoir une émulsion stable. On distingue plusieurs types d'émulsion.

Les émulsions simples : eau dans l'huile (E/H) ou huile dans l'eau (H/E).

Les émulsions doubles : eau dans l'huile dans l'eau (E/H/E) ou (H/E/H) [69].

Les différents types d'émulsion sont représentés dans la figure (9).

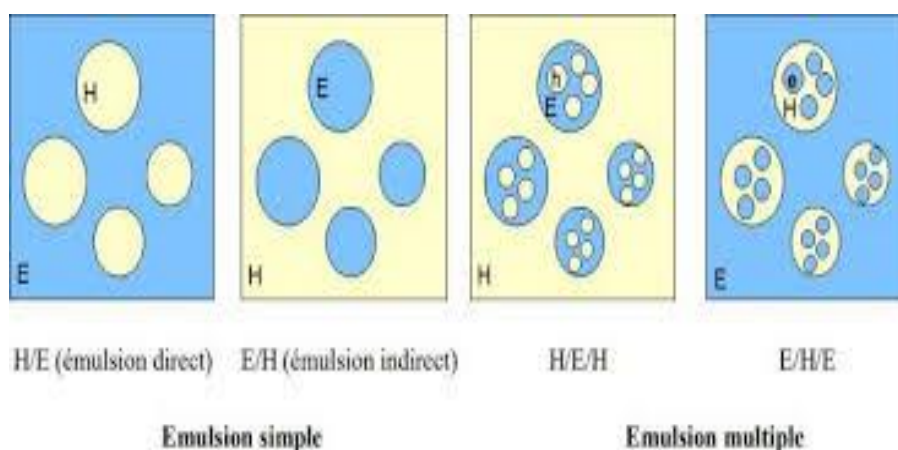


Figure 9: Les différents types d'émulsions [70].

Le procédé de l'évaporation de solvant peut être divisé selon les étapes suivantes :

Une solution aqueuse du matière active est tout d'abord émulsifiée dans une solution de polymère dissous dans un solvant organique tel que le dichlorométhane ou de l'acétate d'éthyle, de façon à préparer une émulsion simple de type eau/huile (E/H). Les polymères synthétiques biodégradables les plus utilisés sont les acides poly lactique (PLA) et poly(lactique-co-glycolique). Cette émulsion est ensuite ajoutée dans une phase aqueuse contenant l'agent tensioactif sous une agitation mécanique afin de réaliser l'émulsion double eau/huile/eau. Enfin, par l'agitation douce, le solvant organique est éliminé par extraction dans la phase aqueuse externe puis évaporé [49],[67].

Le procédé de microencapsulation par évaporation de solvant est schématisé dans la figure (10).

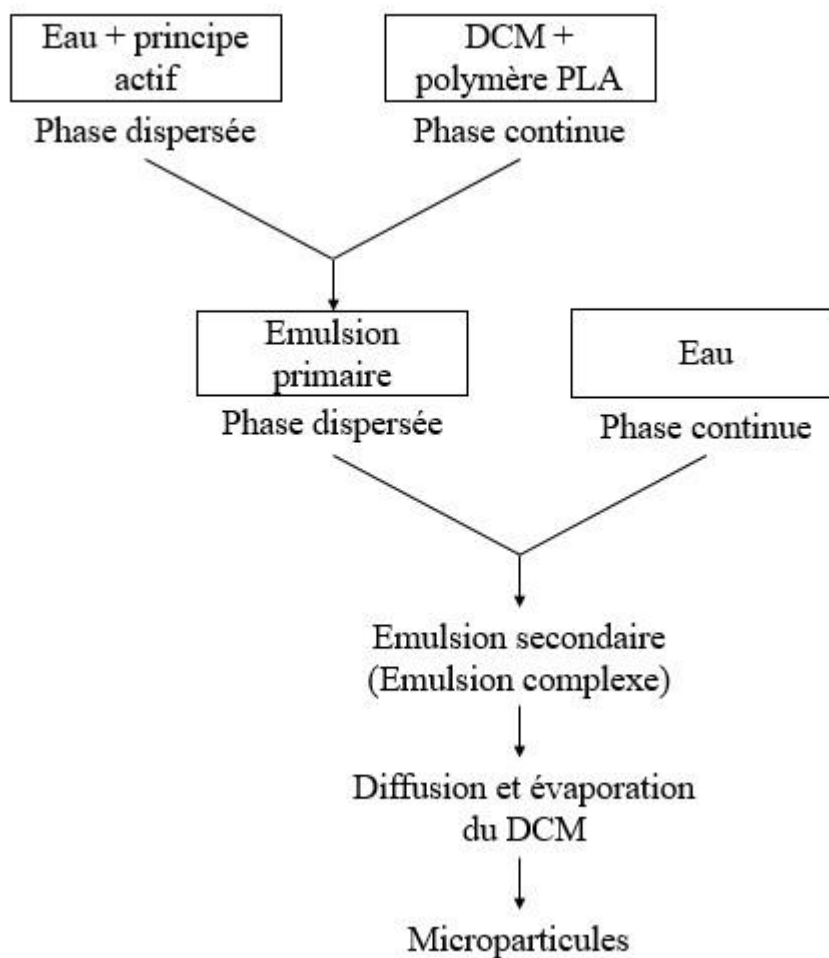


Figure 10: Schéma du procédé de microencapsulation par évaporation de solvant (émulsion double) [4].

CHAPITRE III :
MATÉRIELS ET
MÉTHODES

III.1 La matière végétale

Le thé vert utilisé dans cette étude est d'origine chinoise importé en Algérie sous la dénomination thé vert de chine vendu dans des boites en carton acheté à Bejaia.

III.2 Extraction des composés phénoliques

A l'aide d'un broyeur RETSH, le thé vert est réduit en poudre de 0,02 mm de diamètre.

L'extraction des composés phénoliques est effectuée par ajout de 10 g de poudre du thé vert à 100 ml d'eau distillée sous agitation de 750 tr/min pendant 1h à 80°C sur une plaque chauffante agitatrice. Après extraction, le mélange est filtré une première fois sur un papier filtre Waltman (N°1) puis une deuxième fois à l'aide d'une pompe à vide. Le surnageant récupéré est séché dans une étuve pendant 3 jours à une température de 50°C, afin de récupérer l'extrait sec.

La figure (11) résume les différentes étapes de l'extraction des polyphénols.

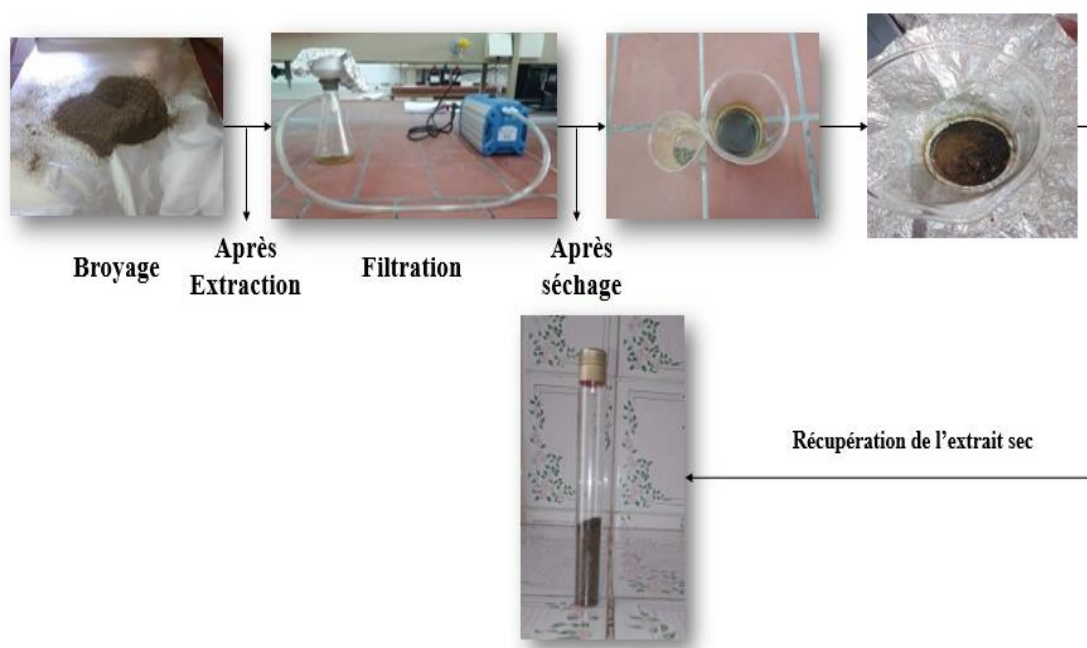


Figure 11: Photographies de procédé de l'extraction des polyphénols.

III.3 La microencapsulation des extraits du thé vert

La double émulsion évaporation du solvant est la méthode choisie pour la microencapsulation des extraits du thé vert, suivant le protocole décrit ci-dessous : [71]

1 ml de solution à 0,25 % de l'extrait de thé vert (W_1) est ajouté à 10 ml d'une solution de dichlorométhane (CH_2Cl_2) à une concentration de 4% en PLA (O) et 0,01% en Span 80, une émulsion eau dans l'huile (W_1/O) est formée par agitation. Cette émulsion est ensuite dispersée dans 200 ml d'une solution de PVA (W_2) à une concentration de 0,25% sous forte agitation pour former une double émulsion ($W_1/O/W_2$). Le dichlorométhane est ensuite évaporé sous agitation modérée (300 tr/min) à la température ambiante et sous pression atmosphérique pendant une nuit. Les microparticules sont récupérées après filtration sous vide, puis séchées dans un dessiccateur.

Le procédé de la microencapsulation est figuré dans la figure (12).

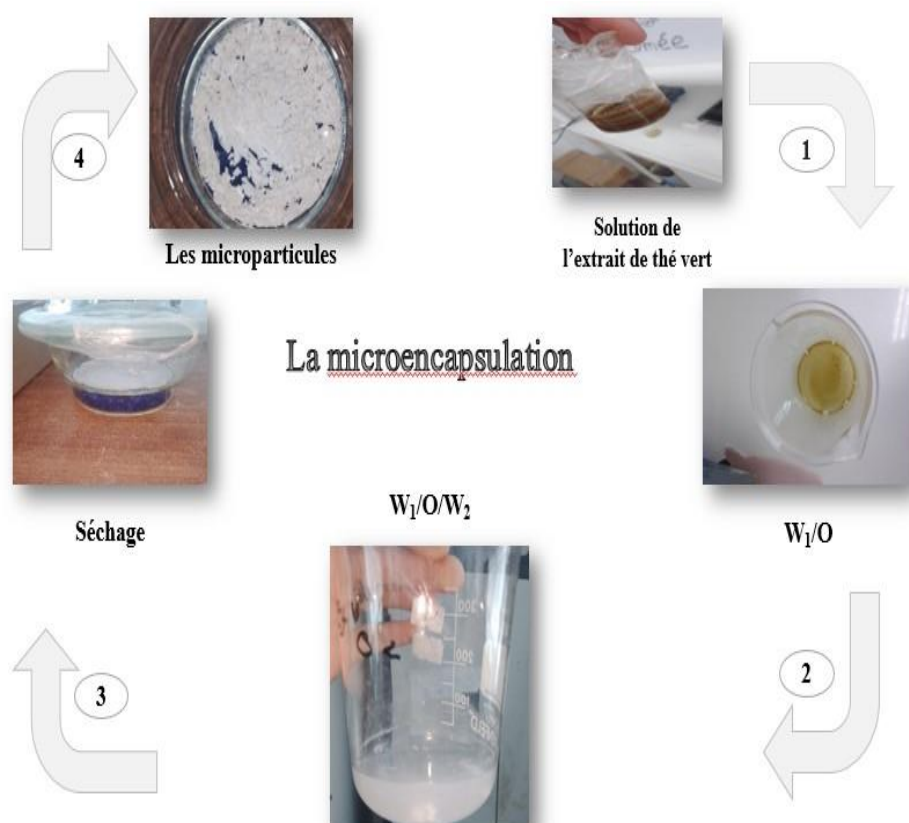


Figure 12: Photographies du procédé de la microencapsulation.

III.4 Dosage des polyphénols totaux et de l'activité antioxydante

Des dosages des polyphénols totaux et de l'activité antioxydante ont été réalisés :

III.4.1 Dosage des polyphénols totaux

Principe :

Le dosage des polyphénols totaux se fait avec le réactif folin-ciocalteu [72], mélange d'acides phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$) et phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) [73], Il est réduit lors de l'oxydation des phénols donnant une couleur bleue et qui est stabilisé par l'addition de carbonate de sodium (Na_2CO_3) [74].

Mode opératoire :

Différentes dilutions sont préparées à partir d'une solution mère de 5mg d'extrait non encapsulé dans 5ml d'eau distillée.

De chaque dilution, 200 μ l sont ajoutées à 1ml du réactif de Folin Cicalteu dilué (1/10) dans des tubes à essais, ces derniers sont agités pendant 1min, puis incubés à une température ambiante pendant 8min, ensuite, 1ml de carbonate de sodium à 7,5% est additionné au mélange, pour enfin l'incuber pendant 1h à l'obscurité.

Une solution de l'extrait du thé vert encapsulé a été préparée en utilisant le méthanol et l'eau distillée comme solvant (1mg de l'extrait + 1ml d'eau distillée+ 1ml de méthanol), puis maintenue sous agitation pendant des temps différents 1h et 24h, ensuite centrifuger le mélange pendant 10 min à 4500 tr/min, puis le filtrer en utilisant un papier filtre Waltman (N°1) pour enfin effectuer le test du dosage des polyphénols totaux d'après *James et al, (2016)* avec quelques modifications [3].

Pour la lecture de l'absorbance, la longueur d'onde est fixée à 765nm, la concentration des polyphénols est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard. Les concentrations sont exprimées en mg Equivalent acide gallique/1g de la matière sèche.

Le blanc est constitué d'un mélange de 200 μ l d'eau distillée, 1ml de Folin Cicalteu et 1ml de carbonate de sodium.

III.4.2 Dosage de l'activité anti-oxydante par la réduction du radical DPPH

Principe

Le test DPPH (diphénylpicrylhydrazyl) est une méthode largement utilisée dans l'analyse de l'activité antioxydante [75].

En effet, le DPPH est considéré comme un radical libre relativement libre, leur présence donne lieu à une coloration violette foncée de la solution [76].

Mode opératoire

1ml de chaque dilution d'extrait non encapsulé est ajouté à 2ml de DPPH, le mélange est incubé à l'obscurité pendant 30min, l'absorbance est ensuite lue à $\lambda=517\text{nm}$ contre un blanc (2ml d'éthanol + 1ml d'eau distillée).

Une solution de l'extrait du thé vert encapsulé a été préparée en utilisant le méthanol et l'eau distillée comme solvant (1mg de l'extrait + 1ml d'eau distillée+ 1ml de méthanol), puis maintenue sous agitation pendant des temps différents 1h et 24h, ensuite centrifuger le mélange pendant 10 min à 4500 tr/min, puis le filtrer en utilisant un papier filtre Waltman (N°1) pour enfin effectuer le test du dosage du piégeage du radical DPPH d'après *James et al, (2016)* avec quelques modifications [3].

La lecture de l'absorbance du contrôle (2ml DPPH + 1ml d'eau distillée) est la même que cette dernière. Le standard utilisé est l'acide ascorbique (vitamine C).

Les résultats du test de DPPH sont estimés en pourcentage d'inhibition et sont calculés comme suit [75] :

$$I(\%) = \frac{(\text{Abs contrôle} - \text{Abs extrait})}{\text{Abs contrôle}} \times 100$$

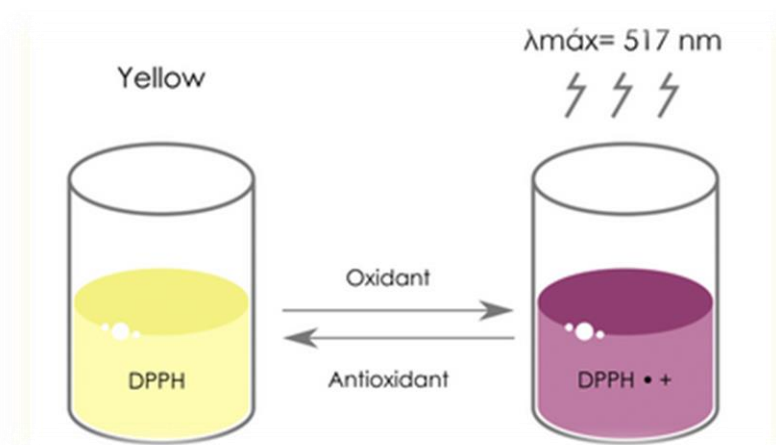


Figure 13: La réduction du DPPH [77].

III.5 Incorporation des extraits du thé vert brut et encapsulé dans un jus de citron frais

On a effectué cette partie au sein d'une entreprise privée AIT BRAHAM MOHAND connu sous le nom commercial STAR, qui se situe dans la zone d'AHRIK commune d'OUZELLAGUEN à 52 Km du chef-lieu de la wilaya de BEJAIA.

Mode opératoire :

Des échantillons de 15 ml de jus de citron frais à des concentrations variées en extraits du thé microencapsulés et du thé brut à savoir : 0,5%, 1%, 2% ont été préparés, puis gardés au frais à une température de 4°C pendant des périodes différentes : 01jour, 07 jours, 14 jours pour enfin effectuer les analyses physicochimiques et microbiologique d'après *James et al, (2016)* avec quelques modifications [3].



Figure 14: Jus de citron incorporé des extraits du thé non encapsulé.

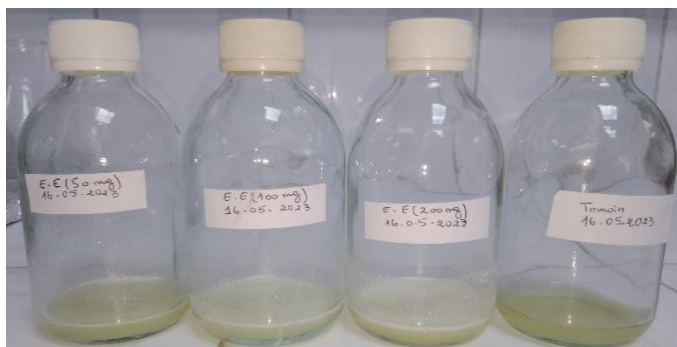


Figure 15: Jus de citron incorporé des extraits du thé encapsulé.

III.5.1 Analyses physico-chimiques

III.5.1.1 Potentiel d'hydrogène (pH)

Le pH indique le caractère acide ou basique de la boisson, sa valeur est sans unité. C'est la détermination en unité pH de la différence du potentiel existant entre deux électrodes plongées dans le produit objet de la mesure.

Mode opératoire

Après avoir branché le pH-mètre, la sonde de ce dernier doit être rincée avec l'eau distillée, ensuite plongée dans un bécher contenant l'échantillon à analyser, au final, la lecture est faite en appuyant sur le bouton Read en attendant jusqu'à ce qu'une valeur stable s'affiche.

III.5.1.2 Le Brix

Le Brix est déterminé à l'aide d'un réfractomètre de paillasse. Il représente la matière sèche soluble présente dans l'échantillon et est corrélé à la teneur en sucres.

On dépose une goutte d'échantillon sur la surface du prisme du réfractomètre puis on baisse le deuxième sur la première. La limite de séparation entre la zone claire et la zone

Le résultat obtenu est exprimé en Brix [78].

III.5.2 Analyses microbiologiques

III.5.2.1 La recherche des levures et moisissures

La contamination des aliments par les moisissures est actuellement considérée avec beaucoup d'attention, en raison des mycotoxines que ces microorganismes sont capables de synthétiser.

Les moisissures sont très largement répandues dans la nature (air, sol...) et elles peuvent très facilement contaminer les aliments en cours de fabrication. Elles peuvent sporuler au cours

d'opérations technologiques comme la déshydratation, l'acidification, la réfrigération, l'abaissement de l'activité de l'eau.

Leurs enzymes peuvent être à l'origine d'altérations diverses dans les aliments. Les levures acidophiles, psychrotropes ou osmophiles peuvent induire des altérations profondes dans les aliments (structure, propriétés organoleptiques etc.), la plupart d'entre elles ne sont pas pathogènes.

Ces germes peuvent être dénombrés sur des milieux rendus sélectifs par acidification ou addition de substances antibactériennes (antibiotiques) [79].

III.5.2.2 Recherche et dénombrement des levures et moisissures

- Les levures

Les levures sont des champignons microscopiques de type unicellulaire. Elles occupent une place essentielle dans l'industrie alimentaire en participant dans la fabrication de nombreux produits alimentaires (fromagerie, brasserie, panification...) mais elles jouent parfois un rôle de contamination et de dégradation pour certains aliments [80],[81].

- Les moisissures

Les moisissures sont des organismes multicellulaires très utilisés dans l'industrie alimentaire en particulier en fromagerie. Ces saprophytes dotés d'un grand pouvoir de dégradation, certains sont toxigènes [81].

Le tableau regroupe les germes recherchés dans les jus selon le journal officiel de la république algérienne.

Tableau 7: Tableaux récapitulatif des germes recherchés dans les jus

Détermination	Méthodes	Norme	
		m	M
Germes aérobies 30°C/ml	NA 1207	10 ²	10 ³
Staphylococcus aureus/ml	Arrêté du 21/05/2014	1	10
Salmonelles/25ml	NA 2688	ABS	
Levures et moisissures/ml	NA 1210	10	10 ²
Entérobactéries/ml	N°12.97.73	1	10

Mode opératoire

Le produit (le jus de citron) est d'abord dilué. Une série de dilutions décimales est réalisée, Inoculer des boîtes de Pétri avec 1ml prélevé à partir de chaque dilution. Ensuite les boîtes sont coulées avec le milieu de culture sabouraud et les incubés à 22°C pendant 5 jours (Norme 10).

III.5.3 Appréciation de la qualité organoleptique du jus de citron :

Une observation visuelle de la couleur et de la viscosité ont été réalisés.

CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSION

La figure (17 et 18) montre que les particules ont une forme sphérique et des tailles variables. La taille des microparticules est une caractéristique importante, car elle permet de contrôler la libération des extraits encapsulés. Par une estimation et dénombrement visuel, le diamètre des particules varie de 10 à 50 μm .

IV.1.2 Dosage des polyphénols totaux

La méthode basée sur le réactif de Folin Ciocalteu est utilisée pour la réalisation des analyses quantitatives des phénols totaux, à partir de l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée en utilisant l'acide gallique comme standard : $y = 0,0111x + 0,0483$ et $R^2 = 0,9703$. Les résultats obtenus sont exprimés en milligramme équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g ES).

Dans le tableau (7) sont illustrés des teneurs en polyphénols totaux du thé vert.

Tableau 8: Teneurs du thé vert en polyphénols.

Teneur en polyphénols totaux (mg EAG/g ES)	Littérature (mg EAG/g ES)
159,54	108 \pm 0,007 [82], 165 [83], 36,64 \pm 0,39 4[84].

L'étude réalisé par *Hajimahmoodi et al, (2008)* a révélé une teneur de 108 \pm 0,007 mg EAG/g ES en polyphénols totaux dans le thé vert, une teneur qui est inférieure à celle obtenue dans la présente étude 159,54 mg EAG/g ES, une autre étude de *Lee et al, (2002)* a permis d'obtenir une teneur de 165 mg EAG/g ES qui est supérieure à celle de notre étude.

La teneur en polyphénols de nos extraits est inférieure à celle trouvé par *Novilla et al, (2022)* [84].

Plusieurs raisons peuvent être à l'origine de ces différences observées dans les teneurs en polyphénols totaux comme : le solvant d'extraction, les conditions d'extraction [85], la qualité du réactif de Folin Ciocalteu utilisé, la région de culture, les conditions climatiques, les conditions de stockage... [86].

IV.1.3 Test de piégeage de radical DPPH

L'activité de piégeage des radicaux libres a été déterminée à l'aide de 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl radical DPPH. Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage d'inhibition.

Des valeurs de IC₅₀ comprises entre 18,93µg/ml et 30,48µg/ml sont rapportées par *Farooq & Sehgal, (2018)* [87] pour des extraits aqueux de différentes marques de thé vert préparé par infusion a raison de 0,2%.

Novilla et al, (2022) ont obtenu un IC 50 égal à 0,54 µg/ml pour des extraits méthanoliques du thé vert. Ces résultats sont inférieurs aux notre puisque les proportions ainsi que les solvant d'extractions sont différents.

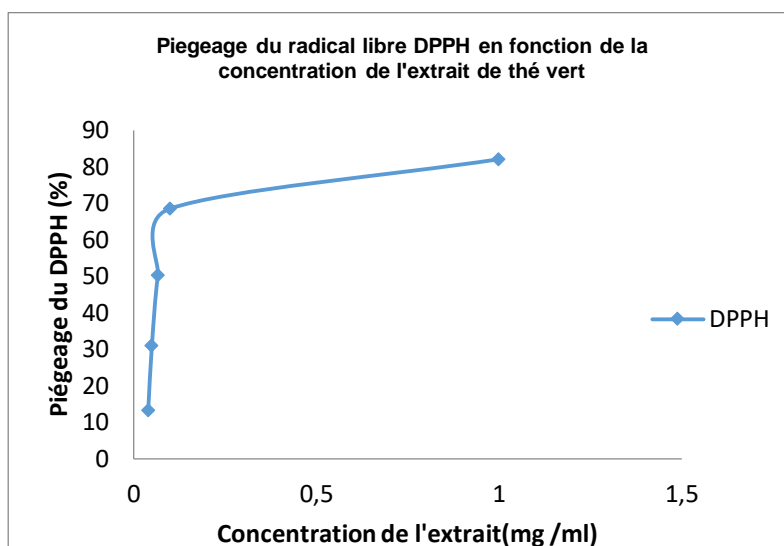


Figure 19: Piégeage du radical libre DPPH en fonction de la concentration de l'extrait de thé vert.

Le résultat du test de piégeage de DPPH obtenu lors de la réalisation de cette étude est 81,98% d'après la figure (19), une autre étude réalisée par *Markowicz Bastos, (2007)* [88] a abouti à un résultat de 88,36 ±0,76 %, une valeur supérieure et proche à celle obtenue dans cette étude.

Le piégeage du radical libre DPPH et le largage des polyphénols par les microcapsules sont montrés dans les figures (20 et 21) respectivement.

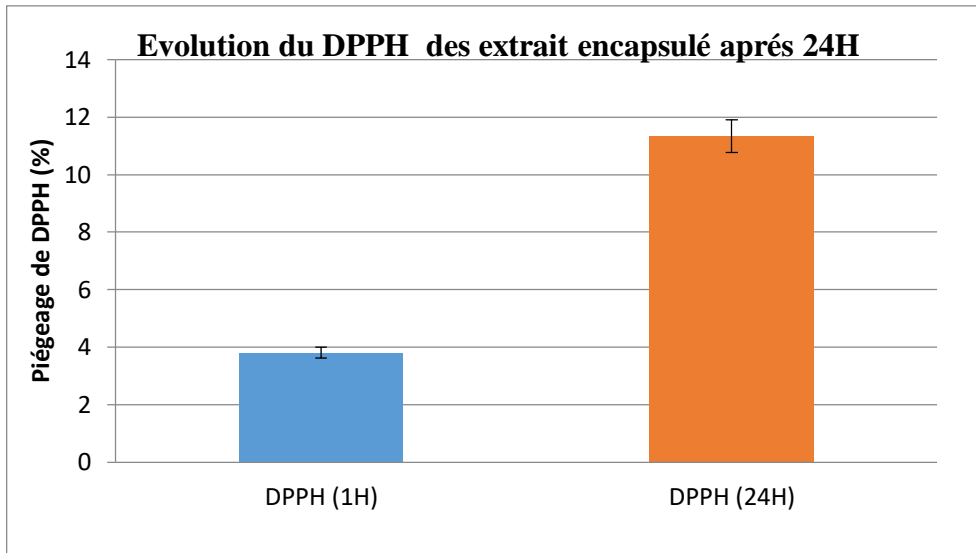


Figure 20: Piégeage du radical DPPH au cours de 24h.

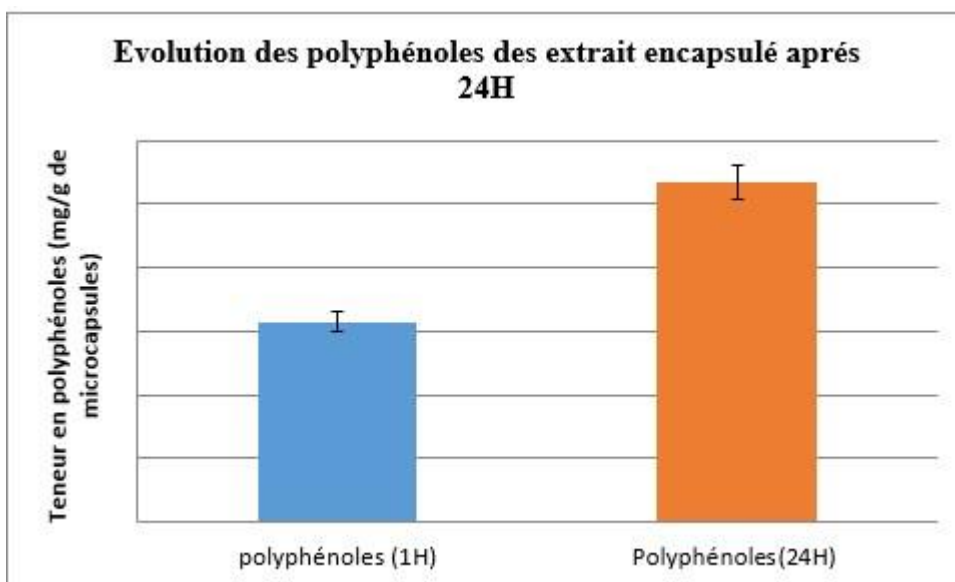


Figure 21: Largage des polyphénols au cours de 24h.

D'après les figures (20 et 21), nous observons une augmentation du largage des polyphénols au cours de 24H ce qui est confirmé par une augmentation de l'activité antioxydante évaluée par le test de piégeage du radical libre DPPH. Cette cinétique dépend du solvant utilisé et de ses propriétés physicochimiques (pH, solubilité, ...) ainsi que celles des matériaux d'encapsulation.

Nos microcapsules ont été mélangées dans l'eau distillée, alors que les polyphénols sont plus solubles dans les solutions hydroalcoolique, mais les extraits aqueux sont plus sains dans les applications alimentaires [90].

IV.1.4 Analyses physicochimiques du jus incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés

IV.1.4.1 Analyse du pH

Les variations de pH du jus de citron enrichi par les polyphénols stocké à 4°C pendant 14 jours sont exprimées dans la figure (22), il a été observé que le pH du jus augmente avec l'augmentation de la concentration en polyphénols, cette augmentation a été bien aperçue au cours du septième jour où le pH du jus est passé de 2,43 pour une concentration de 0,5% à 2,48 pour une concentration de 1%, et au cours du quatorzième jour il a été augmenté légèrement de 2,29 2,31 quand la concentration est augmentée de 0,5% à 2%.

Dans le cas du jus incorporé de l'extrait non encapsulé, les résultats révèlent que l'augmentation de la concentration fait augmenter le pH du produit de 2,32 pour une concentration de 0,5% à 2,43 pour une concentration de 2% pendant le premier jour par exemple.

James et al, (2016) ont relevé les mêmes observations, c'est-à-dire qu'en augmentant le taux d'extrait incorporé le pH augmente très légèrement, mais il baisse en prolongeant la durée de conservation [3].

Temame et Temani, (2022) ont montré que l'incorporation du sirop de figes sèches dans le yaourt a conduit à une diminution du pH accompagnée d'une augmentation l'acidité, et l'ont expliqué par la dégradation des sucres par les bactéries lactiques du yaourt, dans notre étude cette réduction du pH pourrait s'expliquer par la forte dégradation des sucres par les levures et moisissures [91].

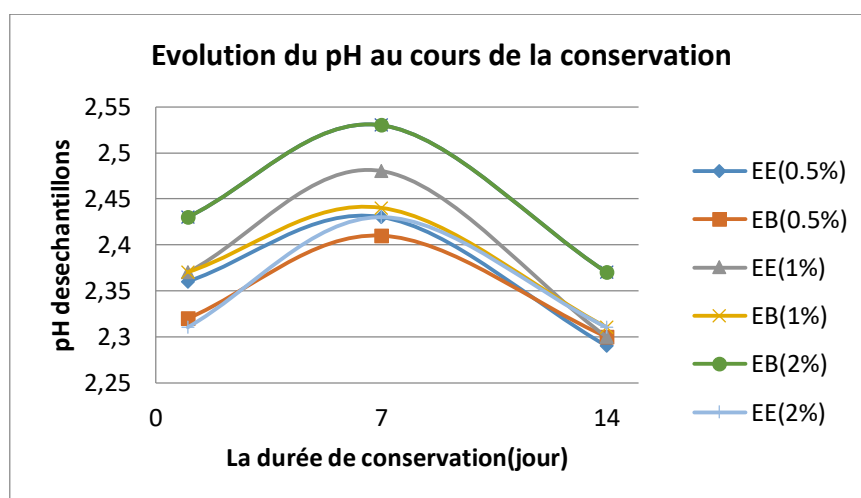


Figure 22: pH du jus incorporé en fonction de la période de conservation.

EE : Extrait encapsulé.

EB : Extrait brut.

IV.1.4.2 Analyses du degré Brix

Le degré Brix du produit dans le cas de l'extrait encapsulé varie très légèrement avec la variation de la concentration des extraits d'après la figure (23), à 0,5% le degré Brix est de 7,1, puis il s'est stabilisé à 7,2 pour 1% et 2%, et dans le cas de l'extrait non encapsulé, le degré Brix du produit augmente significativement quand la concentration en extrait augmente, on observe bien ça dans le jour 7 où le degré Brix est passé de 9,4 pour la concentration de 0,5% à 11,4 pour la concentration de 2%, et on voit aussi que l'extrait non encapsulé à 2% a donné le degré Brix le plus élevé.

Temame et Temani, (2022) ont obtenu des valeurs de Brix des yaourts enrichis qui varient entre 9,25 à 10,75% et ont constaté que le degré de Brix augmente progressivement en augmentant la concentration du sirop (7,5%, 10%) et une légère diminution de Brix pour tous les yaourts au-delà du 28^{ème} jour [91].

D'après *James et al, (2016)*, l'augmentation du pourcentage d'incorporation des microcapsules de thé vert dans le jus de mangue fait augmenter le taux de solides solubles totaux ceci est observé tout au long de la période de conservation jusqu'à sa stabilisation entre 10 et 16% considéré comme des valeurs normales [3].

La norme du degré Brix d'un jus de citron selon le journal officiel est 8, au niveau du 14^{ème} jour le degré Brix est aux alentours de cette valeur pour l'extrait encapsulé [92].

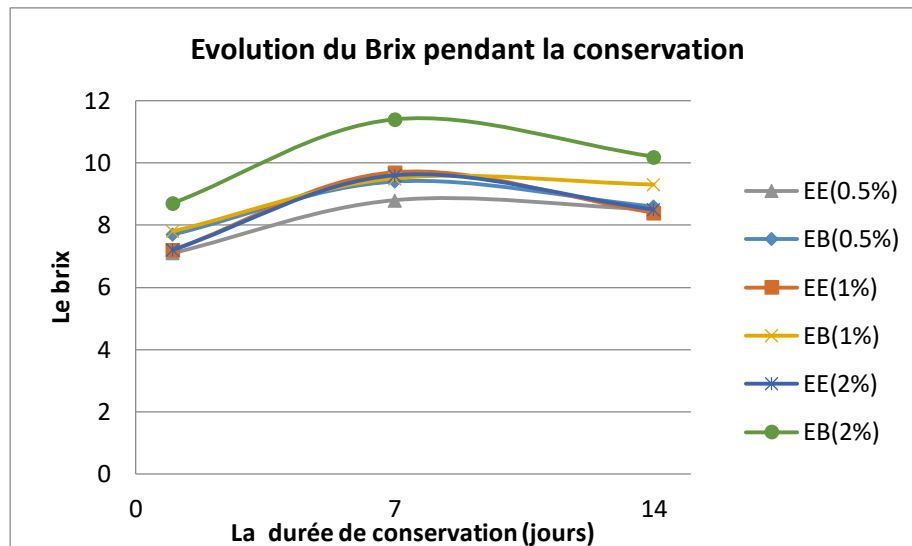


Figure 23: Le degré Brix du jus exprimé en fonction de la période de conservation.

IV.1.5 Analyse microbiologique du jus incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés

L'analyse microbiologique du produit permet la recherche des levures et moisissures, en cas de présence des levures il y'aura formation des colonies blanches brillante sur le milieu de culture Sabouraud, en cas de présence des moisissures il y'aura apparition de filaments.

Toutes les boîtes pétries ont indiqué un nombre de colonies supérieur à 300 pour les levures et les moisissures, un nombre qui dépasse largement la norme notée dans le journal officiel N°39 du 2 juillet 2017 qui est 10 [89]. Le produit est donc de qualité microbiologique non satisfaisante.

IV.1.6 Analyse sensorielle par observation

L'observation des échantillons après la période du stockage a permis de mentionner les remarques suivantes :

- Aucun changement de couleur.
- Aucune odeur désagréable sentie.
- Une augmentation de la viscosité du jus de citron ceci est le résultat de l'altercation du produit par l'activité microbienne.

CONCLUSION

L'objectif de ce travail est la microencapsulation des polyphénols du thé vert dans le but de les protéger contre les facteurs nocifs extérieurs tels que la chaleur et la lumière, puis les incorporer dans un jus de citron frais afin de prolonger sa durée de conservation.

L'extraction des polyphénols du thé vert est réalisée par la méthode de macération en utilisant l'eau distillée comme solvant d'extraction, leur encapsulation est effectuée par la double émulsion évaporation de solvant.

Le dosage des polyphénols totaux et le piégeage du DPPH ont révélé la présence des quantités importantes des composés phénoliques dans les extraits du thé vert non encapsulés, ces deux tests ont été aussi réalisés sur l'extrait microencapsulé et ils ont mis en évidence la libération en continue des polyphénols.

Les analyses physico-chimiques du jus de citron frais incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés ont montré une diminution du pH du produit le long de la période de stockage et sa variation en fonction de la concentration en extraits. Une variation légère en degré Brix est observé au cours de la période de stockage, cela est dû à la variation de la concentration en extrait du thé.

La recherche des levures et moisissures effectuée dans l'analyse microbiologique du produit a indiqué la présence d'un nombre important de ces deux germes qui est supérieur à la norme.

Après la réalisation de cette étude, il a été constaté que la microencapsulation protège les polyphénols du thé vert et permet leur relargage au cours du temps. L'incorporation de ces extraits encapsulés et non encapsulés dans un jus de citron frais permet de conserver ses propriétés physicochimiques à savoir le pH et le degré Brix.

Vers la fin de ce travail, quelques perspectives sont supervisées :

- Approfondir l'étude pour définir la concentration optimale en extrait pour la conservation.
- Étude de l'effet de ces extraits sur les propriétés rhéologiques, nutritionnelle et sensorielle du produit.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] Yahamdi Ibtissam, B. F. (2015). Analyse qualitative et quantitative de différentes marques de thé du marché local en ses deux principaux constituants : la caféine et la catéchine.
- [2] Fillon, L. (2014). Le thé et le syndrome métabolique.
- [3] Zokti, J., Badlishah, A., Baharin, S., Abdulkarim, S., & Abas, F. (2016). Microencapsulation of green tea extracts and its effects on the physico-chemical and functional properties of mango drinks. *International Journal of Basic & Applied Sciences, IJBAS-IJENS*, 16, 16-32.
- [4] Giraud, S. (2002). Microencapsulation d'un diisocyanate et d'un phosphate d'ammonium: application: élaboration d'un système polyuréthane monocomposant à propriété retardatrice de flamme pour l'enduction textile (Doctoral dissertation, Lille 1).
- [5] Bile, J. (2015). Microencapsulation d'agent antimicrobien pour le développement de conditionnements primaires fonctionnalisés (Doctoral dissertation, Université Claude Bernard-Lyon I).
- [6] Ach, D. (2014). Microencapsulation par coacervation complexe des protéines du lactosérum et de la gomme d'acacia (Doctoral dissertation, Lyon 1).
- [7] Schmitter, M. G., & DE, O. D. D. D. É. (2016). Les propriétés anticancéreuses des catéchines issues du thé vert (Doctoral dissertation, éditeur inconnu).
- [8] Gardner, E. J., Ruxton, C. H. S., & Leeds, A. R. (2007). Black tea—helpful or harmful? A review of the evidence. *European journal of clinical nutrition*, 61(1), 3-18.
- [9] Wu CD, Wei GX. Tea as a functional food for oral health. *Nutrition*. 2002 May;18(5):443-4.
- [10] Saadallah, N. (2015). Les polyphénols de l'extrait éthanolique de thé vert (*Camellia Sinensis*) : Evaluation de leur pouvoir antioxydant et protecteur vis-à-vis la toxicité cardiaque de la doxorubicine.
- [11] Benaskeur, R. (2014). L'effet protecteur de thé vert vis-à-vis la toxicité cardiaque provoquée par l'éthanol.
- [12] Nada, C. (2018). Dosage par HPLC-DAD des méthylxantines dans le thé vert.
- [13] Atamenia, N. (2016). Dosage par HPLC de la caféine et étude de l'acidité des boissons des thés verts du marché Algérien.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [14] Aubert, M. (2002). Intérêt nutritionnel du thé dans la prévention des pathologies oxydatives (Doctoral dissertation).
- [15] Slimani, B. (2016). Analyse par HPLC de l'épigallocatechine gallate et mesure de l'acidité de boisson de thé vert.
- [16] Lin, Y. S., Tsai, Y. J., Tsay, J. S., & Lin, J. K. (2003). Factors affecting the levels of tea polyphenols and caffeine in tea leaves. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(7), 1864-1873.
- [17] Urquiaga, I. N. E. S., & Leighton, F. (2000). Plant polyphenol antioxidants and oxidative stress. *Biological research*, 33(2), 55-64.
- [18] Zaveri, N. T. (2006). Green tea and its polyphenolic catechins: medicinal uses in cancer and noncancer applications. *Life sciences*, 78(18), 2073-2080.
- [19] Graham, H. N. (1992). Green tea composition, consumption, and polyphenol chemistry. *Preventive medicine*, 21(3), 334-350.
- [20] Cabrera, C., Artacho, R., & Giménez, R. (2006). Beneficial effects of green tea—a review. *Journal of the American College of Nutrition*, 25(2), 79-99.
- [21] Morin, M. P. (2015). Les polyphénols du thé vert : des molécules à double action contre la maladie parodontale (Doctoral dissertation, Université Laval).
- [22] Cooper, R. (2012). Green tea and theanine: health benefits. *International journal of food sciences and nutrition*, 63(sup1), 90-97.
- [23] da Silva Pinto, M. (2013). Tea: A new perspective on health benefits. *Food research international*, 53(2), 558-567.
- [24] Cooper, R., Morré, D. J., & Morré, D. M. (2005). Medicinal benefits of green tea: Part I. Review of noncancer health benefits. *Journal of Alternative & Complementary Medicine*, 11(3), 521-528.
- [25] Tijburg, L. B. M., Mattern, T., Folts, J. D., Weisgerber, U. M., & Katan, M. B. (1997). Tea flavonoids and cardiovascular diseases: a review. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 37(8), 771-785.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [26] Haqqi, T. M., Anthony, D. D., Gupta, S., Ahmad, N., Lee, M. S., Kumar, G. K., & Mukhtar, H. (1999). Prevention of collagen-induced arthritis in mice by a polyphenolic fraction from green tea. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 96(8), 4524-4529.
- [27] Bell, S. J., & Goodrick, G. K. (2002). A functional food product for the management of weight. *Critical reviews in food science and nutrition*, 42(2), 163-178.
- [28] Katz, P. P., Wirthlin Jr, M. R., Szpunar, S. M., Selby, J. V., Sepe, S. J., & Showstack, J. A. (1991). Epidemiology and prevention of periodontal disease in individuals with diabetes. *Diabetes care*, 14(5), 375-385.
- [29] Kamer, A. R., Craig, R. G., Dasanayake, A. P., Brys, M., Glodzik-Sobanska, L., & de Leon, M. J. (2008). Inflammation and Alzheimer's disease: possible role of periodontal diseases. *Alzheimers Dement* 4: 242–250.
- [30] Guo, S., Yan, J., Yang, T., Yang, X., Bezard, E., & Zhao, B. (2007). Protective effects of green tea polyphenols in the 6-OHDA rat model of Parkinson's disease through inhibition of ROS-NO pathway. *Biological psychiatry*, 62(12), 1353-1362.
- [31] Hegarty, V. M., May, H. M., & Khaw, K. T. (2000). Tea drinking and bone mineral density in older women. *The American journal of clinical nutrition*, 71(4), 1003-1007.
- [32] Amrane, K., & Dib, L. (2021). Etude de l'activité antioxydante et dosage des composés phénoliques des extraits d'épices et du thé vert (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- [33] Favier, A. (2003). Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. *L'actualité Chimique*, 108, 115.
- [34] Stevenson, D. E., & Hurst, R. D. (2007). Polyphenolic phytochemicals—just antioxidants or much more. *Cellular and Molecular Life Sciences*, 64(22), 2900-2916.
- [35] Le Priol, L. (2019). Étude de la co-encapsulation d'huiles alimentaires oxydables et d'antioxydants phénoliques (Doctoral dissertation, Compiègne).
- [36] Zeghouani, N. (2022). Encapsulation de molécules biologiquement actives dans des systèmes complexes à base de biopolymères.
- [37] Dubey, R. (2009). Microencapsulation technology and applications. *Defence Science Journal*, 59(1), 82.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [38] Kerdudo, A. (2014). Optimisation de la conservation des cosmétiques: impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation (Doctoral dissertation, Nice).
- [39] Hamounic, B., & Pinot, F. (2011). Fiche n°4 : La microencapsulation : Une technologie de choix pour la formulation d'actifs. *L'actualité chimique*, 352, 39-40.
- [40] F. Gibbs, Selim Kermasha, Intez Ali, Catherine N. Mulligan, B. (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *International journal of food sciences and nutrition*, 50(3), 213-224.
- [41] Paulo, F., & Santos, L. (2017). Design of experiments for microencapsulation applications: A review. *Materials Science and Engineering: C*, 77, 1327-1340.
- [42] Richard, J., & Benoît, J. P. (2000). Microencapsulation. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, 2(J2210), J2210-1.
- [43] Anbinder, P. S., Deladino, L., Navarro, A. S. D. R., Amalvy, J., & Martino, M. N. (2011). Yerba mate extract encapsulation with alginate and chitosan systems: interactions between active compound encapsulation polymers.
- [44] Zahaf, M. (2014). Formulation de microcapsules à libération prolongée à base de principe actif très peu soluble ou insoluble et caractérisation biopharmaceutique. Mémoire de Master, Université de Blida.
- [45] Martins, I. M., Barreiro, M. F., Coelho, M., & Rodrigues, A. E. (2014). Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic applications. *Chemical engineering journal*, 245, 191-200.
- [46] Rabeau, S. (2009). Étude d'un procédé continu de microencapsulation basé sur un micromélangeur. Doctorat de l'institut National Polytechnique de Lorraine (spécialité génie des procédés et des produits).
- [47] Nantenainjanahary, I. (2015). Étude de la microencapsulation des polyphénols extraits de *MARRUBIUM VULGAR L.*
- [48] Akdim, L. (2017). Comparaison de méthodes d'absorption et d'encapsulation de l'huile essentielle de *Copaifera Officinalis L.* en vue d'une application en cosmétique.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [49] He, P. (2009). Conception et réalisation d'un système microfluidique pour la production de gouttes calibrées et leur encapsulation (Doctoral dissertation, Université de Technologie de Compiègne).
- [50] Freiberg, S., & Zhu, X. X. (2004). Polymer microspheres for controlled drug release. *International journal of pharmaceutics*, 282(1-2), 1-18.
- [51] Theron, F. (2009). Conception et mise en œuvre d'un procédé intensifié continu de microencapsulation par polycondensation interfaciale (Doctoral dissertation).
- [52] Champagne, C. P., & Fustier, P. (2007). Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Current opinion in biotechnology*, 18(2), 184-190.
- [53] Anal, A. K., & Singh, H. (2007). Recent advances in microencapsulation of probiotics for industrial applications and targeted delivery. *Trends in food science & technology*, 18(5), 240-251.
- [54] Annan, N. T., Borza, A. D., & Hansen, L. T. (2008). Encapsulation in alginate-coated gelatin microspheres improves survival of the probiotic *Bifidobacterium adolescentis* 15703T during exposure to simulated gastro-intestinal conditions. *Food research international*, 41(2), 184-193.
- [55] Qv, X. Y., Zeng, Z. P., & Jiang, J. G. (2011). Preparation of lutein microencapsulation by complex coacervation method and its physicochemical properties and stability. *Food Hydrocolloids*, 25(6), 1596-1603.
- [56] Rocha, G. A., Fávaro-Trindade, C. S., & Grosso, C. R. F. (2012). Microencapsulation of lycopene by spray drying: Characterization, stability and application of microcapsules. *Food and bioproducts processing*, 90(1), 37-42.
- [57] Zhang, K., Zhang, H., Hu, X., Bao, S., & Huang, H. (2012). Synthesis and release studies of microalgal oil-containing microcapsules prepared by complex coacervation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 89, 61-66.
- [58] Wang, B., Adhikari, B., & Barrow, C. J. (2014). Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin–sodium hexametaphosphate using complex coacervation. *Food chemistry*, 158, 358-365.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [59] Duclairoir, C., Orecchioni, A. M., Depraetere, P., & Nakache, E. (2002). α -Tocopherol encapsulation and in vitro release from wheat gliadin nanoparticles. *Journal of microencapsulation*, 19(1), 53-60.
- [60] Stevanović, M., Savić, J., Jordović, B., & Uskoković, D. (2007). Fabrication, in vitro degradation and the release behaviours of poly (DL-lactide-co-glycolide) nanospheres containing ascorbic acid. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 59(2), 215-223.
- [61] Marsanasco, M., Márquez, A. L., Wagner, J. R., Alonso, S. D. V., & Chiaramoni, N. S. (2011). Liposomes as vehicles for vitamins E and C: An alternative to fortify orange juice and offer vitamin C protection after heat treatment. *Food research international*, 44(9), 3039-3046.
- [62] Anwar, S. H., & Kunz, B. (2011). The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of food engineering*, 105(2), 367-378.
- [63] Siow, L., & Ong, C. (2013). Effect of pH on garlic oil encapsulation by complex coacervation. *Journal of food processing and technology*, 4(1).
- [64] Pérez-Limiñana, M. Á., Payá-Nohales, F. J., Arán-Ais, F., & Orgilés-Barceló, C. (2014). Effect of the shell-forming polymer ratio on the encapsulation of tea tree oil by complex coacervation as a natural biocide. *Journal of microencapsulation*, 31(2), 176-183.
- [65] Leclercq, S., Milo, C., & Reineccius, G. A. (2009). Effects of cross-linking, capsule wall thickness, and compound hydrophobicity on aroma release from complex coacervate microcapsules. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(4), 1426-1432.
- [66] Yeo, Y., Bellas, E., Firestone, W., Langer, R., & Kohane, D. S. (2005). Complex coacervates for thermally sensitive controlled release of flavor compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7518-7525.
- [67] Yeo, Y., Baek, N., & Park, K. (2001). Microencapsulation methods for delivery of protein drugs. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, 6, 213-230.
- [68] CAULLET, L., DOS SANTOS, A., KNIPPER, G., RUSALEN, M., & SEIGNEUR, M. (2017). Les émulsions alimentaires et cosmétiques. *Projet Professionnel*, 2018, 1-50.
- [69] Bouregaa, Y., Hayaoui, N., & Chadli, S. (2021). Étude de stabilité d'émulsion huile/eau d'un beurre alimentaire contenant l'huile de fruit de Pistacia Lentiscus (Doctoral dissertation, UNIVERSITE AHMED DRAIA-ADRAR).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [70] Bengriche, M., Haffaf, H. (2021), Etude de la stabilité d'une émulsion mayonnaise sous microscope.
- [71] Bouriche, S., Cózar-Bernal, M. J., Rezgui, F., Álvarez, A. M. R., & González-Rodríguez, M. L. (2019). Optimization of preparation method by W/O/W emulsion for entrapping metformin hydrochloride into poly (lactic acid) microparticles using Box-Behnken design. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 51, 419-429.
- [72] Habellah, R. M., Karoune, S., Kechebar, M. S. A., & Bounab, H. (2016). Etude des composés phénoliques et des activités antioxydantes de l'Acacia ehrenbergiana de la région de Tindouf. *Journal Algérien des Régions Arides (JARA) No*, 13(1).
- [73] Laraba, M., Serrat, A., & Ouassaa, G. (2016). Etude in vitro de l'activité antioxydante des polyphénols isolés à partir d'une plante médicinale. Mémoire de master en toxicologie et santé, Université des FrèresMentouri Constantine. P, 40-41.
- [74] Dif, M. M., Benchiha, H., Mehdadi, Z., Benali-Toumi, F., Benyahia, M., & Bouterfas, K. (2015). Étude quantitative des polyphénols dans les différents organes de l'espèce *Papaver rhoeas* L. *Phytothérapie*, 13(5), 314-319.
- [75] Ghedadba, N., Hambaba, L., Ayachi, A., Aberkane, M. C., Bousselsela, H., & Oueld-Mokhtar, S. M. (2015). Polyphénols totaux, activités antioxydante et antimicrobienne des extraits des feuilles de *Marrubium deserti* de Noé. *Phytothérapie*, 13(2), 118-129.
- [76] Molyneux, P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. technol*, 26(2), 211-219.
- [77] <https://libios.fr/solutions-analytiques/stress-oxydatif-capacite-anti-oxydante/kits-dosage-stress-oxydatif-brcapacite-antioxydante/dpph-capacite-antioxydante>.
- [78] Roussos, P. A., Sefferou, V., Denaxa, N. K., Tsantili, E., & Stathis, V. (2011). Apricot (*Prunus armeniaca* L.) fruit quality attributes and phytochemicals under different crop load. *Scientia Horticulturae*, 129(3), 472-478.
- [79] Cuq, J. L. (2007). Microbiologie alimentaire contrôle microbiologique des aliments. Polytech département STIA, Université Montpellier, 2, 119.
- [80] Guiraud, J., & Galzy, P. (1980). L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. (No Title).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [81] Hajimahmoodi, M., Hanifeh, M., Oveisi, M. R., Sadeghi, N., & Jannat, B. (2008). Determination of total antioxidant capacity of green teas by the ferric reducing/antioxidant power assay. *Journal of Environmental Health Science & Engineering*, 5(3), 167-172.
- [82] Lee, K. W., Lee, H. J., & Lee, C. Y. (2002). Antioxidant activity of black tea vs. green tea. *The Journal of nutrition*, 132(4), 785-785.
- [83] Novilla, A., Margahyani, W., & Rihibiha, D. D. (2022). Antioxidant Activities of Green Tea (*Camellia Sinensis L.*) Leaves From Ciwidey, West Java. *KnE Medicine*, 143-150.
- [84] Komes, D., Horžić, D., Belščak, A., Ganić, K. K., & Vulić, I. (2010). Green tea preparation and its influence on the content of bioactive compounds. *Food research international*, 43(1), 167-176.*
- [85] SAIDI, I. (2019). Caractérisation et valorisation d'une plante de la famille des fabaceae: *Gleditsia triacanthos* de la région de Sidi Bel Abbès: Extraction des substances bioactives (Doctoral dissertation).
- [86] Farooq, S., & Sehgal, A. (2018). Antioxidant activity of different forms of green tea: Loose leaf, bagged and matcha. *Current Research in Nutrition and Food Science Journal*, 6(1), 35-40.
- [87] Bastos, D. H. M., Saldanha, L. A., Catharino, R. R., Sawaya, A. C., Cunha, I. B., Carvalho, P. O., & Eberlin, M. N. (2007). Phenolic antioxidants identified by ESI-MS from yerba mate (*Ilex paraguariensis*) and green tea (*Camelia sinensis*) extracts. *Molecules*, 12(3), 423-432.
- [88] JORA (Journal Officiel de la République Algérienne). 2017. N° 39 du 02 Juillet 2017. Arrêté interministériel du 2 Moharram 1438, correspondant au 4 octobre 2016, fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires, pp. 25.
- [89] MILDNER-SZKUDLARZ-JAN, J. B. S., & SZWENGIEL, J. A. (2010). Catechin stability, antioxidant properties and sensory profiles of rye breads fortified with green tea extracts. *Journal of Food and Nutrition Research*, 49(2), 104-111.
- [90] Temame, A. Temani, D. (2022). Enrichissement d'un yaourt à base de sirop des figues sèches.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [91] Meghlaoui, B. (2012). Elaboration et caractérisation des mélanges à base de polyvinyle alcool et de diisocyanate renforcés par la farine de bois (Doctoral dissertation, Université de Boumerdès-M'hamed Bougara).
- [92] Hasimi, A., Stavropoulou, A., Papadokostaki, K. G., & Sanopoulou, M. (2008). Transport of water in polyvinyl alcohol films: Effect of thermal treatment and chemical crosslinking. *European Polymer Journal*, 44(12), 4098-4107.
- [93] Abdennebi, D. (2014). Silylation d'alcool polyvinylique. Application en pervaporation
- [94] Sonchaeng, U., Iniguez-Franco, F., Auras, R., Selke, S., Rubino, M., & Lim, L. T. (2018). Poly (lactic acid) mass transfer properties. *Progress in Polymer Science*, 86, 85-121.
- [95] Schlosser, P. M., Bale, A. S., Gibbons, C. F., Wilkins, A., & Cooper, G. S. (2015). Human health effects of dichloromethane: key findings and scientific issues. *Environmental health perspectives*, 123(2), 114-119.
- [96] Shestakova, M., & Sillanpää, M. (2013). Removal of dichloromethane from ground and wastewater: A review. *Chemosphere*, 93(7), 1258-1267.
- [97] Sarah, C. (2015). Enlèvement des polluants émergents dans l'eau par membrane liquide émulsionnée (Doctoral dissertation, Université Badji Mokhtar)

ANNEXES

Annexe 1

Tableau 1 : Liste des matériels et réactifs utilisés.

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none">- Broyeur de marque RETSH- Balance analytique- Plaque chauffante agitatrice- Papier filtre- Pompe à vide- Étuve- Dessiccateur- Centrifugeuse- Spectrophotomètre- Verreries (Béchers, éprouvettes, spatules, entonnoir, thermomètre, pipettes graduées, micropipette, fioles)- pH-mètre- Réfractomètre- Microscope optique	<ul style="list-style-type: none">- Eau distillée.- Extraits du thé vert.- PVA.- PLA.- DCM.- Span 80.- Folin Cicalteu.- Carbonate de sodium 7,5%.- DPPH.- Méthanol.- Jus de citron frais.

Annexe 2

Les réactifs utilisés dans la microencapsulation

➤ **PVA (Alcool polyvinylique) :**

Le PVA est un polymère semi-cristallin, synthétique, il est soluble dans certains solvants tels que l'eau [40]. C'est un polymère biocompatible à faible toxicité utilisé pour des applications biomédicales [41], et industrielles (textile et papier), sa formule chimique est $(C_2H_4O)_n$ [42].

➤ **PLA (Polyacide lactique) :**

Le PLA est un polymère biodégradable et biosourcé issu de ressources renouvelables telles que le maïs, il est utilisé pour des applications médicales, agricoles et pour les emballages [43].

➤ **DCM (Dichlorométhane) :**

Le dichlorométhane ou chlorure de méthylène est un solvant organique [44], c'est un liquide incolore avec une odeur douce, sa formule chimique est CH_2Cl_2 , il est largement utilisé comme solvant pour les plastiques, graisses, peintures, extraction en phase solide et liquide-liquide ainsi que pour l'extraction des huiles et la transformation des aliments [45],

il est aussi très volatil ce qui favorise son évaporation et de plus il solubilise un nombre important de polymères [4].

➤ **Span 80 :**

Le Span 80 appartient à la famille des tensioactifs non ioniques, est un liquide jaunâtre visqueux, la valeur de son HLB est égale à 4,3, sa masse moléculaire est à 428,62 g/mol, et sa densité égale à 0,984 [46]

Annexe 3

Historique de l'entreprise AIT BRAHAM « STAR »

Cette entreprise privée a fait ces premiers pas dans le monde de l'industrie à « OUMOUSA » dans la commune d'OUZELLAGUEN sur la route nationale N°26 en 1993 avec la création d'une petite unité de marque « **CORTILAZZI** » de fabrication de boissons gazeuses d'une capacité de 5000 BTS/h et un personnel d'environ 20 personnes sur une superficie de 250 m².

De 1997 à 1999 l'entreprise a fait un arrêt pour l'installation de nouvelles machines allemandes de type « KRONES » elle a repris ses activités en septembre 1999 avec seulement des boissons non gazeuses (JUS) de plusieurs variétés :

- Orange pêche, poire au lait.
- Pomme fraise au lait.
- Ace multi-fruits « jus carotte ».
- Jus ananas.
- Jus pomme.
- Jus raisin.

A partir de 2001 elle a commencé à produire aussi des boissons gazeuses :

- Orange.
- Pomme « SELECTO ».
- Pomme verte.
- Pomme « Cola ».
- Citron.
- Lime.
- Bitter.

Avec une capacité de fabrication d'environ 10000 BTS/h et un personnel de 90 personnes.

En août 2007, inauguration d'une nouvelle unité à « AHRİK » sur une superficie de 1300 m² et un effectif de 178 personnes, la capacité de production de l'entreprise a augmenté pour atteindre 25000 BTS/h. Elle a gardé l'ancienne gamme de produits tout en y rajoutant de nouveaux :

a. Jus :

- Nectar d'orange.

- Nectar multi fruits.
- Banane au lait.
- Jus mandarine.
- Jus ananas-coco
- Jus orange-abricot.
- Jus Thomsen.

b. Soda :

- Star énergie (2008).
- Eau aromatisée à la menthe.
- Eau gazéifiée aromatisée au citron.
- Eau gazéifiée aromatisée au grenadine.
- Eau gazéifiée au zeste de citron.
- Eau gazéifiée nature.

En 2014, la société a fait une extension en installant une nouvelle unité de production d'eau minérale et de boissons aromatisées gazéifiées en format PET toujours au lieu dit AHRIK d'une capacité de production de 16000 bts/h sur une surface de 1000 m² créant ainsi 30 nouveaux postes d'emploi ce qui a permis aussi et comme exigé par la réglementation algérienne en vigueur, à la société de se dotée d'un laboratoire autocontrôle pour l'analyse et le contrôle de la matière première et du produit fini.

En l'année 2021, la limonaderie Ait Braham Mohand boissons STAR a procédé encore une fois à une extension de sa capacité de production en achetant une nouvelle unité de remplissage de verre recyclable toujours de type Kronos (Allemagne) installée au lieu dit Ahrik, la capacité de cette unité est de 40000 bouteilles par heure ce qui représente une avancée considérable dans la satisfaction du marché en produit star qui devient de plus en plus demandé est bien apprécié par le consommateur nationale vu la qualité et unique de son produit, et du coup il a réussi à créer plusieurs nouveaux postes d'emploi pour la population de la région et des régions limitrophes.

Annexe 4

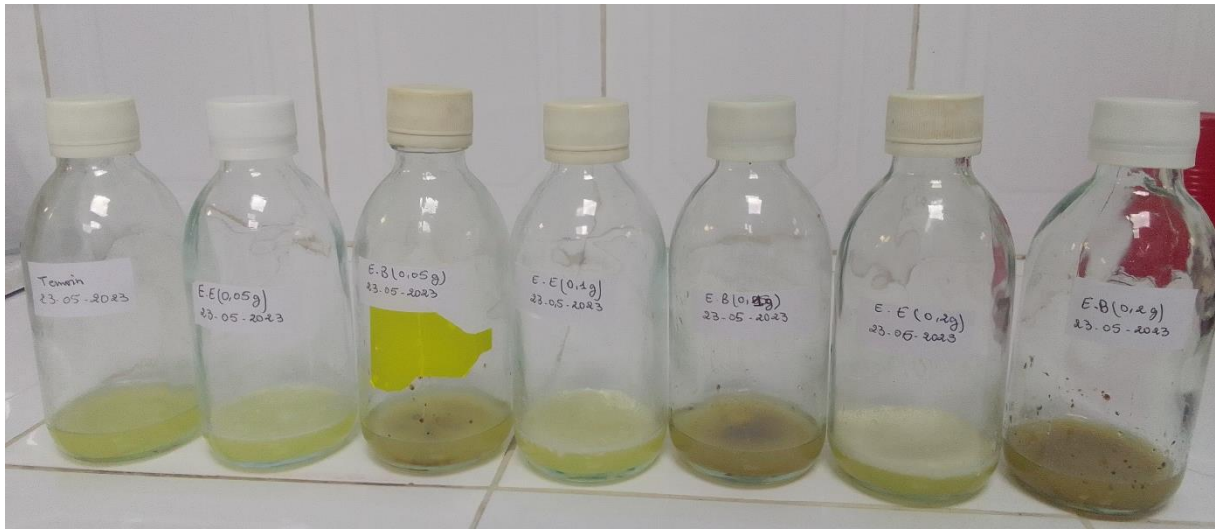


Figure 1 : Jus de citron incorporé des extraits du thé vert encapsulés et non encapsulés jours 7

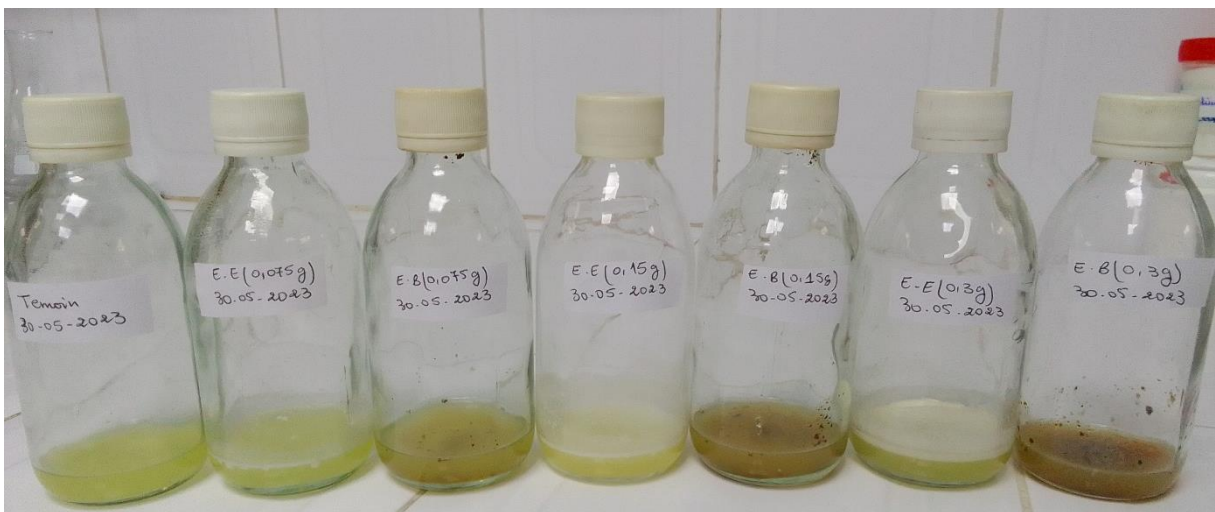


Figure 2 : Jus de citron incorporé des extraits du thé vert encapsulés et non encapsulés jours

Annexe 5

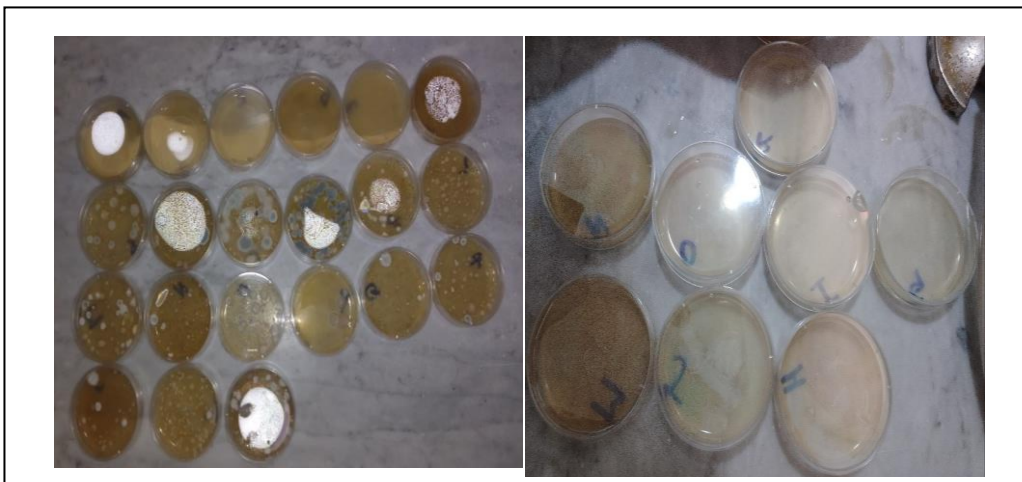


Figure 1 : Analyse microbiologique du jus de citron incorporé des extraits du thé.

Annexe 6



Figure 2 : Image photographique de matériels utilisé pour l'analyse physicochimique.

Annexe 7

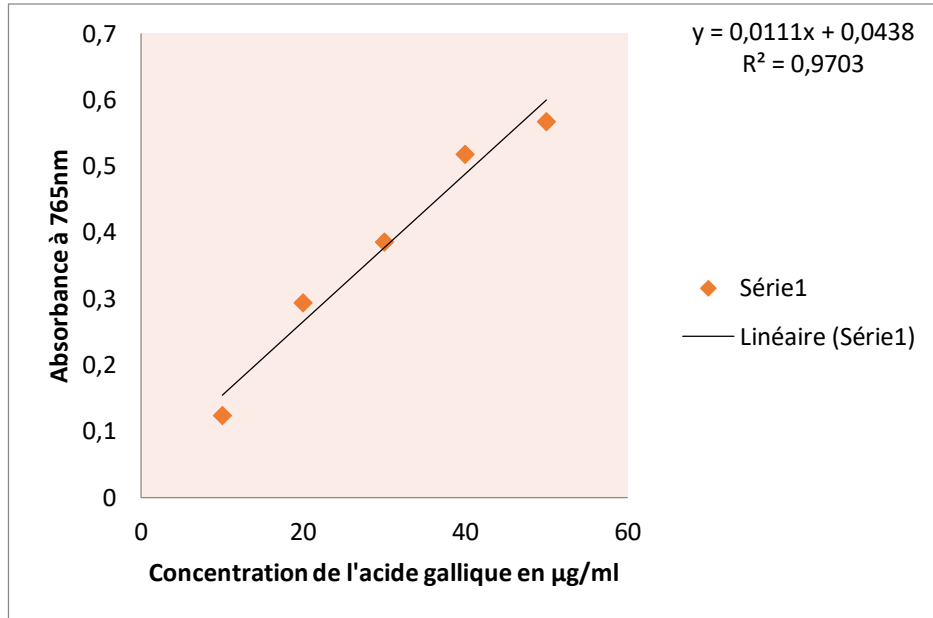


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

Annexe 8

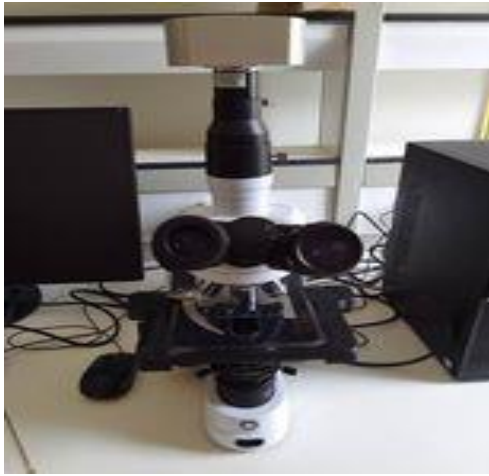


Figure 1 : Microscope optique de marque Euromex iScope series doté d'une caméra de marque Euromex Microscope Camera

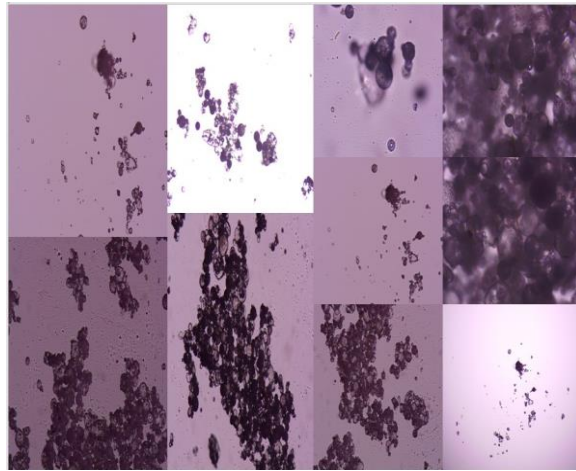


Figure 2 : Les microparticules sous microscope optique.

Résumé

Le présent travail est porté sur l'incorporation des extraits du thé vert micro encapsulés dans un jus de citron frais pour améliorer sa conservation.

La première partie consiste à faire le dosage des polyphénols totaux et le piégeage du DPPH ont révélé la présence des quantités importantes des composés phénoliques dans les extraits du thé vert non encapsulés, ces deux tests ont été aussi réalisé sur l'extrait microencapsulé et ils ont mis en évidence la libération en continue des polyphénols.

Les analyses physico-chimiques du jus de citron frais incorporé des extraits du thé encapsulés et non encapsulés ont montré une diminution du pH de (2,48 à 2,43) du produit le long de la période de stockage et sa variation en fonction de la concentration en extraits. Une variation légère en degré Brix est observé au cours de la période de stockage (7,1 à 7,2), cela est dû à la variation de la concentration en extrait du thé.

La recherche des levures et moisissures effectuée dans l'analyse microbiologique du produit a indiqué la présence d'un nombre important de ces deux germes qui est supérieur à la norme.

Mots clés : Thé vert, Polyphénols, Activité antioxydante, Microencapsulation, Microparticules, Conservation.

Abstract:

The present work focuses on the incorporation of green tea extracts micro encapsulated in a fresh lemon juice to improve its preservation, so it was divided into several parts. The first part consists of measuring the total polyphenols and the trapping of DPPH revealed the presence of significant amounts of phenolic compounds in the unencapsulated green tea extracts, these two tests were also performed on the microencapsulated extract and they showed the continuous release of polyphenols. The physico-chemical analyses of the fresh lemon juice incorporated in the encapsulated and non-encapsulated tea extracts showed a decrease in the pH of (2,48 to 2,43) the product over the storage period and its variation with the concentration of extracts A slight variation in degree Brix.

Keywords : Green tea, Polyphenols, Antioxidant activity, Microencapsulation, Microparticles, Conservation

ملخص

يركز العمل الحالي على دمج مستخلصات الشاي الأخضر المغلفة في عصير الليمون الطازج لتحسين الحفاظ عليها، لذلك تم تقسيمها إلى عدة أجزاء.

في الجزء الأول يركز على كشف تحديد البوليفينول الكلي ومحاصرة DPPH عن وجود كميات كبيرة من المركبات الفينولية في مستخلصات الشاي الأخضر غير المغلفة، وتم إجراء هذين الاختبارين أيضًا على المستخلص المغلف بدقة وأظهروا الإطلاق المستمر للبوليفينول.

أظهرت التحليلات الفيزيائية والكيميائية لعصير الليمون الطازج المدمج في مستخلصات الشاي المغلفة و غير المغلفة انخفاضاً في درجة الحموضة (من 2,48 إلى 2,43) للمنتج خلال فترة التخزين و تباينه مع تركيز المستخلصات. الكلمات الرئيسية: الشاي الأخضر، البوليفينول، مضادات الأكسدة.