

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Contrôle de qualité et analyse des aliments



Réf:.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Caractérisation multiparamétrique des biscuits fortifiés
avec de la poudre de prunelles**

Présenté par :

Mlle Boussaid Kamilia

Soutenu le : 03/07/2025

Devant le jury composé de :

Mme. Tafinine Z.
Mr. Benhamiche N.
Mme. Brahmi F.

MCA
Professeur
Professeur

Présidente
Encadreur
Examinatrice

Année universitaire : 2024 / 2025



Remerciement

Je tiens tout d'abord à remercier le bon Dieu tout-puissant de m'avoir donné la patience et le courage pour atteindre mon but et réaliser ce modeste travail.

*Je tiens également à exprimer mon vif remerciement et mon sincère gratitude à mon promoteur **Mr Benhamiche Nadir** ; pour la qualité de son encadrement, sa constante disponibilité, son sérieux, ses encouragements et ses conseils très précieux. Je suis très reconnaissante de la confiance qu'il m'a accordée.*

*Je souhaite exprimer ma gratitude particulière envers la Co-promotrice Mademoiselle **Berkati Asmaa**, qui a été la première à me faire découvrir le sujet qui a orienté mon mémoire.*

*J'exprime également ma profonde gratitude envers tous les membres du jury : À Madame **Tafnine**, qui nous a fait l'honneur de prendre la présidence de notre jury de mémoire.*

*Je tiens à exprimer ma gratitude envers, Madame **Brahmi Fatima**, d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Je tiens à remercier tout le personnel du laboratoire de nutrition alimentaire. En particulier Mme **Imadafou***

Je tiens à remercier aussi tout le personnel du laboratoire de recherche BBBS qui m'a mis à disposition tout le matériel dont j'avais besoin afin de réaliser ce travail.

*Enfin, je souhaite exprimer ma gratitude envers tous les enseignants de l'université **ABDEERAHMANE MIRA-BEJAIA**, spécialement du département science alimentaire, de la faculté de la science et de la nature et de la vie, qui m'ont donné les ressources indispensables pour réussir mes études universitaires.*

Boussaid Kamilia



Dédicace



À l'heure où je termine ce mémoire, je souhaite chaleureusement dédier cette réussite à Ceux qui ont été mes piliers tout au long de cette aventure académique.

Aux deux êtres qui me sont les plus chers au monde mon père et la lumière de mes jours, ma chère Maman, dont le soutien indéfectible et les sacrifices ont rendu possible chaque étape de ce parcours. Que Dieu vous protège en parfaite santé et vous donne une longue vie.

Mes chères sœurs (Chahinez et Kenza), Vous avez toujours été là pour moi, m'encourageant et me soutenant à chaque étape de ma vie. Que Dieu vous protège

A mes chers frères Wassim, Hakim, et Nabil qui ont été à mes côtés toute au long de mon cursus académique.

A mes chères belles sœurs Hanane et Ilham pour vos encouragement et souhaits

A tous mes amis

Hitoute, Moussaoui, Laidi, Aouchiche, Cheurfa, Kessaisia, Kadri, Hafed.

Enfin, à tous ceux qui ont cru en moi et m'ont soutenu de près ou de loin, je vous adresse ma profonde gratitude. Cette réussite est aussi la vôtre, et je la partage avec vous avec une immense reconnaissance et un cœur rempli de joie.

Kamilia

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les Prunelles

I.1. Description botanique..... 2

I.2. Classification des Prunelles 3

I.3. Distribution et habitat 3

I.4. Composition chimique..... 4

I.5. Valeur nutritionnelle..... 5

I.6. Utilisations..... 6

I.7. Effets des composés bioactifs du prunellier 7

I.8. Définition des Anthocyanes 8

I.9. Structures Chimiques et Propriétés des Anthocyanes 9

I.9.1. Structures Chimiques 9

I.9.2. Propriétés des Anthocyanes 10

I.10. Stabilité des anthocyanines..... 11

Chapitre II : Les biscuits

II.1. Historique des biscuits 12

II.2. Définition des biscuits..... 12

II.3. Classification des biscuits 12

II.3.1. Selon la technologie..... 12

II.3.2. Selon le gout 13

II.3.3. Selon le traitement post-cuisson 14

II.4. Technologie des biscuits 14

II.4.1. Composition et rôles des ingrédients dans les biscuits.....	14
II.4.2. Processus de fabrication des biscuits.....	16
II.5. Valeur nutritionnelle	17
II.6. Intérêts des biscuits enrichis.....	18

Partie pratique

Matériel et méthodes

I.1. Matériel végétal	20
I.1.1. Echantillonnage.....	20
I.1.2. Préparation de la poudre du fruit	21
I.2. Biscuit.....	21
I.2.1. Matériel utilisé	21
I.2.2. Formulation du biscuit	21
I.3. Matériel employé en laboratoire.....	22
I.4. Méthode d'extraction des composés bioactifs des biscuits	22
I.4.1. Dégraissage préalable	22
I.4.2. Extraction des composés bioactifs	22
I.5. Méthodes d'analyses physico-chimiques	23
I.5.1. Mesure des paramètres physiques.....	23
I.5.2. Détermination des paramètres chimiques	23
I.6. Méthodes d'analyses phytochimiques	25
I.6.1. Dosage des composés phénoliques totaux (TPC)	25
I.6.2. Dosage des Flavonoïdes Totaux (TFC)	26
I.6.3. Activité antiradicalaire DPPH.....	26
I.6.4. Pouvoir réducteur de fer (PRF).....	27
I.7. Analyse sensorielle	27
I.8. Analyse statistique.....	28

Résultats et discussion

II.1. Analyse des paramètres physiques	29
II.2. Analyse des paramètres chimiques	30
II.2.1. pH	31
II.2.2. Acidité titrable	32
II.2.3. Humidité (%)	32
II.2.4. Indice de Brix (%)	33
II.3. Analyses phytochimiques.....	34
II.3.1. Teneurs en polyphénols totaux	34
II.3.2. Teneurs en flavonoïdes totaux	35
II.3.3. Activité antiradicalaire DPPH	37
II.3.4. Pouvoir antioxydant (FRAP)	38
II.4. Analyse sensorielle.....	40
Conclusion et perspectives.....	44
Références bibliographique	
Annexes	

Liste des tableaux

Tableau I : Tableau comparatif des nutriments du prunellier (<i>Prunus spinosa</i>) selon les pays.....	5
Tableau II : Teneur en minéraux de <i>Prunus spinosa</i> L. rapportée dans la littérature.....	6
Tableau III : Composition nutritionnelle des biscuits standards disponibles sur le marché.....	19
Tableau IV : Analyse physiques des biscuits.....	28
Tableau V : Analyses physico-chimiques de différents lots de biscuits étudiés au cours du stockage.....	30

Liste des figures

Figure 1 : Photos de prunelier montrant : (a) le fruit, (b) l'arbrisseau (b) et les fleurs (c).....	2
Figure 2 : Répartition géographique du Prunellier (<i>Prunus spinosa</i> L.) à l'échelle mondiale.....	4
Figure 3 : Structures chimiques d'anthocyanes.....	9
Figure 4 : Structures chimiques de quelques anthocyanidines.....	10
Figure 5 : diagramme de fabrication de biscuit.....	18
Figure 6 : Carte de situation géographique de la zone de collecte des échantillons (Chellata, Bejaïa) (A), Zoom sur le lieu de récolte (B).....	20
Figure 7 : Photos de pruneliers (C) & (D) et Photos de prunelles (E).....	20
Figure 8. La poudre de prunelle.....	21
Figure 9. Teneur en composés phénoliques totaux de quatre lots de biscuits au cours du stockage.....	33
Figure 10. Teneur en flavonoïdes totaux de quatre lots de biscuits au cours du stockage.....	35
Figure 11. Activité antioxydante mesurée par DPPH de quatre lots de biscuits au cours du stockage.....	36
Figure 12. Pouvoir antioxydant (FRAP) de quatre lots de biscuits au cours du stockage.....	38
Figure 13. Répartition des préférences selon la couleur des biscuits.....	39
Figure 14. Répartition des préférences selon le gout des biscuits.....	40
Figure 15. Répartition des préférences selon l'apparence des biscuits.....	40
Figure 16 : Répartition des préférences selon l'arôme des biscuits.....	41
Figure 17. Répartition des préférences selon l'acceptabilité des biscuits.....	41
Figure 18. Répartition des préférences selon la texture des biscuits.....	42

Listes des figures en annexe

Figure 1. matériel utilisé pour la formulation du biscuit et la compote.....	Annexe 01
Figure 2. les différentes concentrations des biscuits enrichi en poudre de prunelle.....	Annexe 02
Figure 3. matériels utilisés pour les analyses.....	Annexe 03

Figure 4. Questionnaire d'analyse sensorielle.....	Annexe 04
Figure 5. protocole du dosage des polyphénols totaux : 'TPC'	Annexe 05
Figure 6. protocole de dosage des flavonoïdes.....	Annexe 06
Figure 7. protocole du dosage de l'activité antiradicalaire DPPH.....	Annexe 07
Figure 8. protocole de dosage du pouvoir réducteur FRAP.....	Annexe 08
Figure 9. courbes d'étalonnage.....	Annexe 09

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation

AlCl₃ : Trichlorure d'aluminium

ALT : Alanine Aminotransférase

AST : Aspartate Aminotransférase

°C : degré Celsius

DPPH : 2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl

EAA : Équivalent en acide ascorbique

Fe³⁺ : ion ferrique

GAE : Gallic Acid Equivalent (équivalent acide gallique)

Kcal : kilocalorie

MS : matière sèche

N : Normalité (concentration chimique)

pH : Potentiel hydrogène (acidité)

PRF : Pouvoir réducteur de fer

PS : Poids sec

TFC : Total Flavonoid Content (Flavonoïdes totaux)

TPC : Total Phenolic Content (Polyphénols totaux)

Introduction

Introduction

L'alimentation contemporaine fait face à un défi consistant à répondre à la demande croissante de produits pratiques, tout en favorisant une alimentation plus saine et fonctionnelle. Dans ce contexte, les aliments enrichis en composés bioactifs naturels suscitent un intérêt particulier en raison de leurs effets bénéfiques potentiels sur la santé humaine (Masmoudi et al., 2021). Les biscuits, produits de boulangerie sèche à la popularité mondiale, offrent une excellente matrice pour l'enrichissement fonctionnel, grâce à leur formulation adaptable, leur longue durée de conservation et leur acceptabilité sensorielle élevée (Salehi, 2019).

Le recours à des ingrédients d'origine végétale, notamment les poudres de fruits riches en antioxydants, constitue une approche stratégique dans la formulation de biscuits à haute valeur nutritionnelle. Parmi ces fruits, la prunelle (*Prunus spinosa* L.), appartenant à la famille des Rosaceae, se distingue par sa richesse en composés phénoliques, anthocyanes et autres métabolites secondaires bioactifs (Draghici-Popa et al., 2023; Velickovic et al., 2020). Ces composés sont bien connus pour leurs propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes, leur conférant un fort potentiel de valorisation dans les systèmes alimentaires (Celik et al., 2017).

Le fruit de *Prunus spinosa* L., bien qu'astringent à l'état frais, est traditionnellement utilisé dans l'élaboration de produits transformés (liqueurs, compotes, confitures) et possède une composition phytochimique unique, incluant des flavonols, acides phénoliques, anthocyanines et proanthocyanidines de type A (Backes et al., 2020). Dans ce travail, l'originalité réside dans l'exploration de la poudre de prunelle comme ingrédient fonctionnel dans des biscuits, une approche encore très peu étudiée et rarement appliquée dans ce type de matrice alimentaire. Cette démarche vise à enrichir la valeur nutritionnelle du produit fini, tout en valorisant un fruit local encore peu exploité dans les produits céréaliers et en apportant une diversité de saveurs, de couleurs naturelles et de composés bioactifs.

Ce travail s'inscrit donc dans une démarche d'innovation agroalimentaire alliant valorisation de ressources végétales locales et amélioration nutritionnelle. Il vise à étudier l'effet de l'incorporation de poudre de prunelle sur les propriétés physico-chimiques, antioxydantes et sensorielles de biscuits, en comparant différentes concentrations.

Partie I

Synthèse bibliographique

Chapitre I

Généralités sur les Prunelles



I. Généralités sur les prunelles

I.1. Description botanique

Prunus spinosa L., communément appelé prunellier ou épine noire (blackthorn en anglais), est un arbuste épineux vivace appartenant à la famille des Rosaceae (Pinacho et al., 2015).

Prunus spinosa L. se présente comme un arbuste mésophile atteignant 2 à 3 mètres de hauteur (Bei et al., 2023), caractérisé par une écorce à pigmentation gris foncé à noirâtre, légèrement rainurée et un système raméal dense constitué de branches rigides, lignifiées et fortement épineuses (Bei et al., 2023; Popescu et al., 2016). Les feuilles sont alternes, de 2 à 5 cm de long, obovées à oblancéolées ou elliptiques, avec des marges finement dentelées, de couleur vert terne et sans poils au-dessus ; Les fleurs sont blanches de 1 à 1.7 cm de large, généralement solitaires, apparaissant avant les feuilles, nombreuses, sur des pédoncules d'environ 0.5 cm de large (Popescu et al., 2016).

Les fruits de *P. spinosa* L. sont de petites drupes sphériques, d'un noir bleuté, mesurant entre 10 et 12 mm de diamètre et recouvertes d'une fine pruine bleutée. Leur chair, jaune verdâtre, adhère au noyau et dégage un arôme intense, accompagné d'une saveur astringente (Bei et al., 2023; Velickovic et al., 2020).

Cette espèce présente une floraison entre les mois de mars et mai. Les fruits atteignent leur maturité en fin d'été et en automne, avec une possible persistance hivernale sur la plante (Popescu et al., 2016).



Figure 1. Photos de prunellier montrant : (a) le fruit, (b) l'arbrisseau (b) et les fleurs (c) (Wikipédia, 2025)

I.2. Classification des Prunelles

Les prunelles sont classées selon Linnaeus (1753) comme suit :

Règne	<i>Plantae</i>
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Rosales</i>
Famille	<i>Rosaceae</i>
Sous-famille	<i>Amygdaloideae</i>
Tribu	<i>Amygdaleae</i>
Sous-genre	<i>Prunus subg. Prunus</i>
Section	<i>Prunus sect. Prunus</i>
Espèce	<i>Prunus spinosa L</i>

I.3. Distribution et habitat

Le genre *Prunus* L. (Rosaceae) qui comprend environ 200 espèces, est un arbuste vivace caractéristique des milieux rudéraux, formant des fourrés denses et épineux sur les pentes incultes. Cette espèce pionnière colonise également les lisières routières, les berges de canaux et les brise-vents ; elles sont principalement distribuées dans les régions tempérées de l'hémisphère nord (Velickovic et al., 2020; Velickovic et al., 2014) ; Cette espèce est largement distribuée en Europe centrale et méridionale, couvrant la quasi-totalité de ces régions à l'exception du sud de la péninsule Ibérique. Son aire de répartition s'étend vers le nord jusqu'au sud de la Scandinavie et vers l'est jusqu'en Asie Mineure, dans le Caucase et en bordure de la mer Caspienne (Popescu et al., 2016), avec une présence marquée dans l'ensemble du domaine méditerranéen (Tunisie et Algérie) où elle constitue un élément

caractéristique des matorral (Draghici-Popa et al., 2023). Introduite hors de son aire native, l'espèce s'est localement naturalisée en Amérique du Nord et en Nouvelle-Zélande. Sur le plan altitudinal, elle occupe principalement les zones de plaine, mais peut atteindre 1 600 m d'altitude dans les Alpes du Sud (Suisse) (Popescu et al., 2016).

L'arbuste de *Prunus spinosa* L. présente une remarquable résistance aux stress abiotiques, notamment : aux basses températures (rusticité élevée), aux déficits hydriques et aux sols à pH basique (Fraternale et al., 2009).

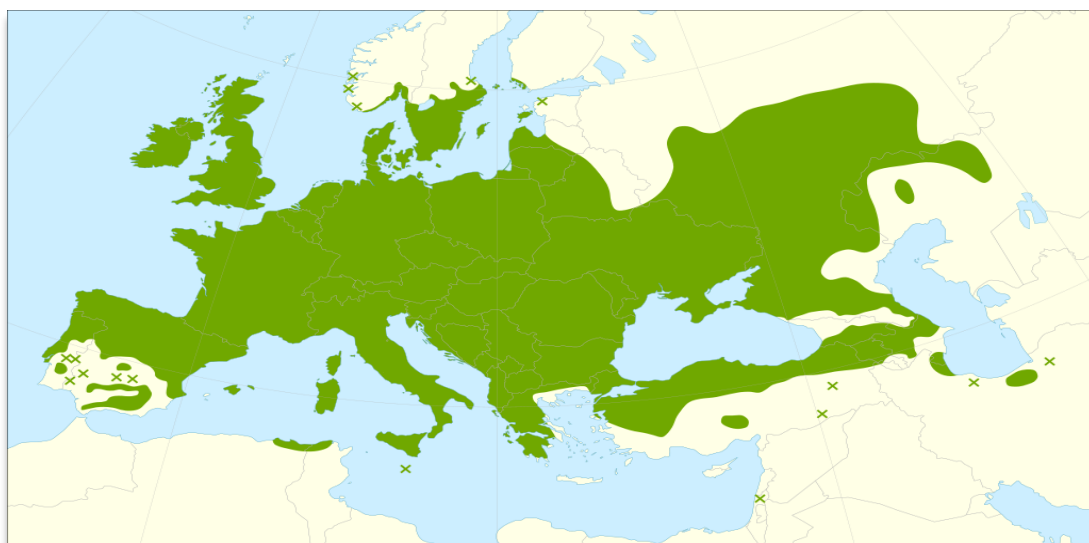


Figure 2. Répartition géographique du Prunellier (*Prunus spinosa* L.) à l'échelle mondiale ("Prunus spinosa L. image," 2024).

I.4. Composition chimique

Les fruits de *Prunus spinosa* L. renferment divers composés polyphénoliques, notamment des acides phénoliques, des flavonoïdes, des anthocyanes, des coumarines et des proanthocyanidines (Draghici-Popa et al., 2023).

Il renferme une quantité importante d'antioxydants phénoliques, notamment des hétérosides de flavonol (quercétine et kaempférol), des acides phénoliques (dérivés néochlorogéniques, les dérivés d'acides hydroxybenzoïques comme l'acide gallique et les dérivés d'acides hydroxycinnamiques tels que les acides caféique, férulique et coumarique), ainsi que des dérivés de coumarine comme l'esculétine, l'ombelliférone et la scopolétine. On y trouve également des anthocyanines (la cyanidine 3-O-rutinoside et la pæonidine 3-O-rutinoside) et des proanthocyanidines de type A, des métabolites secondaires formés d'unités

de flavan-3-ol reliées par une ou deux liaisons interflavanes. Ces composés à double liaison, de type A, sont relativement rares dans la nature et leur présence se limite principalement à certaines espèces des familles Ericaceae, Hippocastanaceae, Lauraceae et Rosaceae (Backes et al., 2020; Draghici-Popa et al., 2023; Pinacho et al., 2015).

I.5. Valeur nutritionnelle

Les espèces de prunes sont des fruits très nutritifs, apportant de nombreux bienfaits pour la santé. Peu caloriques et pauvres en matières grasses, elles sont une excellente source de glucides, de vitamines (vitamines C et E), de minéraux et du β-carotène. Elles sont également riches en potassium tout en étant faibles en sodium, ce qui en fait un aliment équilibré et bénéfique pour l’organisme (Ozzengin et al., 2023; Sikora et al., 2013).

Tableau I : Tableau comparatif des nutriments du prunellier (*Prunus spinosa* L.) selon les pays

	Comté de Cluj,	Konya, Turquie.	Pologne (Łącko)	Bragança, Portugal
Période/ année	Septembre	Septembre 2003.	Septembre	—
Énergie	57	249	—	559 ± 5
(kcal/100 g)				
Glucides (g/100 g PS)	8.64	—	30.48 ±1.27	60 ± 1
Matières grasses (g/100 g PS)	1.00	2.06	2.04 ±0.05	32.8 ± 0.9
Protéines	0.75	3.4	4.42 ±0.08	5.9 ± 0.2
(g/100 g PS)				
Fibres (g/100 g PS)	9.00	4.6	31.97 ±0.55	—
cendre	—	2.72	3.81 ±0.22	1.20 ± 0.03
Humidité (%)	54.85±2.1	69.37	—	12.7 ± 0.1
Références	(Andronie et al., 2019)	(Marakog˘lu et al., 2005)	(Sikora et al., 2013)	(Backes et al., 2020)

Tableau II : Teneur en minéraux de *Prunus spinosa* L. rapportée dans la littérature

		Konya	Bosnie- Herzégovine (Vareš)	Turquie
		Septembre 2003	Avril/ Septembre 2018	–
Éléments minéraux (mg/kg)	Al	26.33±1.88	–	–
	B	26.99±1.44	–	–
	Ca	1524.22±88.11	34.234±0.015	807.99 ±411.87
	Cd	0.279±0.02	0.150±0.005	–
	Cr	2.28±0.71	0.292±0.004	–
	Fe	16.18±1.70	7.821±0.021	6.79 ± 5.42
	K	18706.98±553.02	1035.826±0.029	2014.23 ± 1087.1
	Li	6.24±0.19	–	–
	Mg	968.15±7.65	11.827±0.02	188.1 ± 68.40
	Mn	4.58±0.06	1.868±0.002	1.44 ± 0.72
	Na	530.11±75.49	12.223±0.144	42.87 ± 20.31
	Ni	1.22±0.12	0.212±0.002	–
	Cu	–	2.454±0.005	1.75 ± 0.51
	Zn	–	1.803±0.006	8.24 ± 2.74
Références		(Marakog̃lu et al., 2005)	(Dedić et al., 2021)	(Ozzengin et al., 2023)

I.6. Utilisations

Ses fruits, riches en composés actifs, servent d'antiseptique buccal contre les inflammations des muqueuses, d'astringent, et sont employés dans le traitement des troubles gastro-intestinaux, respiratoires, l'athérosclérose et agissent comme laxatifs. Les fleurs possèdent des propriétés vasoprotectrices, anti-inflammatoires, diurétiques et spasmolytiques, tandis que les infusions de branches de prunellier sont traditionnellement employées pour traiter l'hypertension. Les feuilles sont utilisées contre la constipation (Pinacho et al., 2015; Temiz et al., 2021).

De plus, différentes parties de la plante sont traditionnellement employées pour leurs effets emménagogues, diaphorétiques, analgésiques et antispasmodiques, ainsi que dans le traitement de l'œdème et de la leucorrhée ; rhume, toux, diabète, obésité, calculs rénaux, néphrite, ainsi que des troubles respiratoires et cardiovasculaires (Temiz et al., 2021; Velickovic et al., 2020).

Les propriétés médicinales du prunellier (blackthorn) ont été démontrées pour ses fruits, fleurs, écorce et racines. En plus de son usage en phytothérapie, cette plante est également utilisée dans l'industrie agroalimentaire pour produire des confitures et diverses boissons : liqueurs, vins, jus, compotes et thés (Velickovic et al., 2014); il entre dans la préparation du pacharan, une liqueur traditionnelle typique du nord de l'Espagne (Gomez-Mejia et al., 2025); et dans les Marches, région du centre de l'Italie, les baies de *Prunus spinosa* L. entrent dans la composition d'un vin traditionnel nommé « Lacrima di Spino Nero » (littéralement "Larme d'Épine Noire") (Fraternale et al., 2009).

I.7. Effets des composés bioactifs du prunellier

Les recherches scientifiques internationales s'intéressent de près aux propriétés thérapeutiques distinctes des différentes parties du prunellier (*P. spinosa* L.). En effet, chaque organe végétal présente un profil phytochimique unique aux applications médicinales spécifiques : Les fleurs, riches en flavonoïdes, présentent des effets diurétiques, laxatifs et détoxifiants : élimination de l'excès d'ions sodium, élimination des déchets métaboliques, réduction de la perméabilité vasculaire et action anti-inflammatoire sur les voies urinaires. Les fruits, quant à eux, démontrent des activités antibactériennes, anti-inflammatoires et légèrement astringentes (Sikora et al., 2013).

P. spinosa L. présente des propriétés antioxydantes et inhibitrices d'enzymes clés, attribuées à sa richesse en composés phytochimiques bioactifs, notamment grâce à ses acides organiques qui, rapidement métabolisés, ne présentent pas d'effets indésirables pour l'organisme et possèdent la capacité de chélater les ions de métaux lourds, inhibant ainsi leur action pro-oxydante. De plus, leurs sels minéraux jouent un rôle important grâce à leurs propriétés alcalinisantes, contribuant ainsi à l'efficacité de *P. spinosa* L. dans l'amélioration de la cicatrisation tissulaire (Celik et al., 2017; Temiz et al., 2021).

Il est riche en polyphénols, constitue une source efficace de composés antioxydants capables de piéger les radicaux libres, atténuant ainsi leurs effets délétères sur l'organisme.

Parmi ces polyphénols, les acides phénoliques tels que les acides protocatéchique, gallique, férulique, chlorogénique, néochlorogénique et caféique ainsi que les flavonoïdes, notamment les anthocyanes, jouent un rôle protecteur bien documenté contre les maladies cardiovasculaires, les cancers et les pathologies neurodégénératives liées au vieillissement. Cette action antioxydante et modulateur de stress oxydatif explique leur potentiel préventif majeur, renforcé par une consommation élevée associée à une réduction significative du risque de ces pathologies (Velickovic et al., 2020; Velickovic et al., 2014).

Les antioxydants d'origine naturelle exercent une double action thérapeutique : Neutralisation des radicaux libres intermédiaires et Modulation ciblée de l'activité enzymatique. Ces mécanismes leur permettent d'inhiber simultanément les phases d'initiation et de promotion tumorale lors de la carcinogenèse (Bei et al., 2023).

I.8. Définition des Anthocyanes

Les anthocyanines (du grec *anthos*, "fleur", et *kyáneos*, "bleu") comptent parmi les composés végétaux les plus fascinants et les plus étudiés. Elles forment une vaste famille regroupant plus de 700 dérivés d'anthocyanes, issus de 27 aglycones différents appelés "anthocyanidines". Elles sont présentes dans la nature uniquement sous forme d'hétérosides appelés anthocyanosides ou anthocyanines (Wallace et al., 2019).

Ce sont des métabolites secondaires produits par les plantes et localisés principalement dans les vacuoles cellulaires, appartenant à la classe des pigments flavoniques hydrosolubles. Ces composés sont responsables des colorations variées allant du rouge orangé au bleu-violet observées dans les organes aériens des végétaux (Do et al., 2023; Kasote et al., 2019).

Les anthocyanes sont des pigments naturels abondamment présents dans divers fruits et légumes aux teintes vives. Les sources comestibles les plus riches comprennent principalement les fruits tels que les baies (myrtilles, mûres, framboises), les cerises, les prunes, les pêches, les raisins et les grenades, ainsi que des légumes colorés comme le cassis, l'oignon rouge, le radis, la betterave, la fève noire, l'aubergine, le maïs pourpre, le chou rouge et la patate douce pourpre (Riaz et al., 2016).

I.9. Structures Chimiques et Propriétés des Anthocyanes

I.9.1. Structures Chimiques

L'étude des propriétés chimiques des anthocyanines s'avère essentielle pour caractériser leurs activités biologiques et pharmacologiques (Riaz et al., 2016).

Les anthocyanes possèdent une structure de base de type flavone, caractérisée par deux noyaux aromatiques (A et B) reliés par un cycle hétérocyclique oxygéné (C), formant un système conjugué de huit doubles liaisons avec une charge positive sur l'oxygène - chromophore responsable de leurs couleurs vives. Généralement glycosylées en position C-3, ces molécules présentent des variations structurales selon leur degré d'hydroxylation/méthylation et la nature, le nombre et la position des résidus osidiques attachés. Ces modifications confèrent une diversité de propriétés chimiques et biologiques à ces pigments végétaux (Kasote et al., 2019; Rodriguez-Amaya, 2018; Sava et al., 2006).

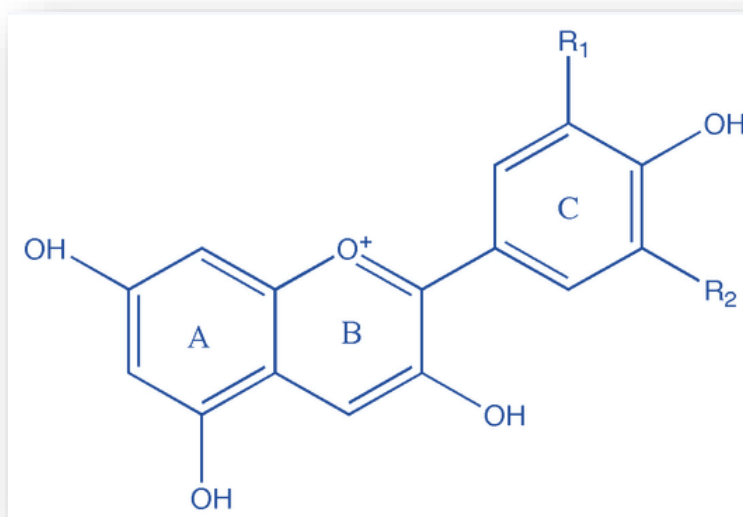


Figure 3. Structures chimiques d'anthocyanes.

Les anthocyanines végétales se structurent sous forme d'O-glycosides, résultant de la liaison entre des anthocyanidines (aglycones) et des oses. Ces anthocyanidines présentent des variations structurales dues à différents substituants sur leur noyau flavylum (2-phénylbenzopyrylium) (Sadowska-Bartosz et al., 2024).

Les anthocyanidines présentent une grande diversité de motifs glycosylés, avec une prédominance des liaisons au D-glucose. Elles peuvent également s'associer à d'autres

monosaccharides (L-rhamnose, D-xylose, D-galactose, arabinose, fructose) ainsi qu'à divers diholosides comme le rutinose, la sophorose, la gentiobiose et la sambubiose. Les sites de glycosylation les plus fréquents se situent en position C-3 du cycle C (formant des 3-glycosides) et aux positions C-3 et C-5 du cycle A (donnant des 3,5-diglycosides). Plus rarement, des glycosylations peuvent survenir en position C-7 du cycle A ou aux positions C-3', C-5' et C-4' du cycle B, avec pour particularité que les substitutions en C-3' et C-4' du cycle B sont mutuellement exclusives (Fang, 2020; Wheldale, 1916).

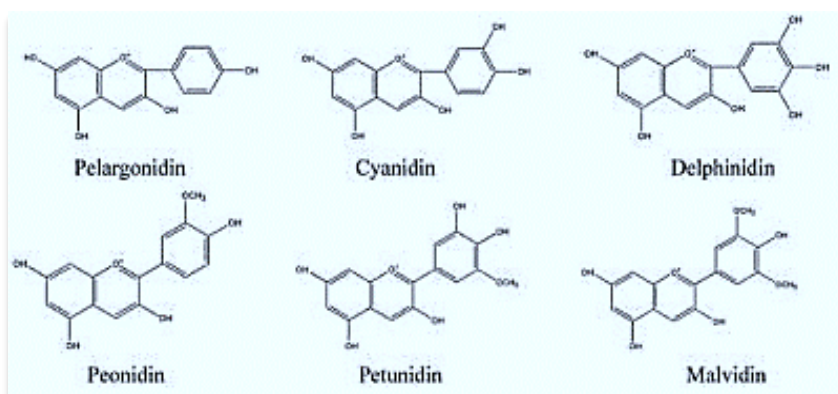


Figure 4. Structures chimiques de quelques anthocyanidines (*Anthocyanidoles (image), 2020*)

I.9.2. Propriétés des Anthocyanes

Les anthocyanines appartiennent au vaste groupe des composés phénoliques, plus précisément à la sous-classe des flavonoïdes. Ces pigments naturels se distinguent par leur solubilité aqueuse caractéristique et par une structure moléculaire unique qui leur confère leurs remarquables propriétés pigmentaires, responsables des teintes vibrantes observées dans de nombreux végétaux (Do et al., 2023; Rodriguez-Amaya, 2019).

Les anthocyanines présentent une bonne solubilité dans l'eau et l'alcool, mais leur instabilité face à la chaleur et à la lumière limite leur utilisation, dont elles peuvent se dégrader. Ces pigments réactifs peuvent se polymériser avec d'autres composés phénoliques, donnant naissance à des colorants complexes où les formes polymères jouent souvent un rôle colorant prédominant. Leur stabilisation est favorisée par deux modifications structurales : l'augmentation des substitutions glycosidiques et l'acylation des oses par des acides cinnamiques (Wrolstad et al., 2012).

Les anthocyanines sont des pigments uniques parmi les flavonoïdes en raison de leur transformation réversible en fonction du pH en milieu aqueux. Elles existent sous quatre formes principales en équilibre dynamique : le cation flavylium (rouge), prédominant à pH inférieur à 2 ; la base quinonoïdale (bleue) ; la pseudobase carbinol (incolore), résultant de l'hydratation du cation flavylium entre pH 3 et 6 ; et la chalcone (incolore). La transition rapide du cation flavylium vers la pseudobase carbinol entraîne une décoloration, phénomène qui a fait l'objet de nombreuses études en raison de son importance dans la stabilité et la réactivité des anthocyanines. Cette propriété explique pourquoi ces pigments peuvent perdre leur couleur rouge vif dans des conditions légèrement acides à neutres (He et al., 2010).

I.10. Stabilité des anthocyanines

La stabilité des anthocyanines représente un axe de recherche majeur en raison de leur potentiel d'application comme colorants naturels et de leurs propriétés bioactives bénéfiques pour la santé. Ces composés phénoliques présentent cependant une instabilité marquée, influencée par de multiples facteurs environnementaux et structuraux (Ndungi et al., 2024). Des études récentes démontrent que l'augmentation de la viscosité du milieu et la formation d'associations moléculaires peuvent significativement améliorer leur stabilité en limitant les mécanismes de dégradation hydrolytique. Les principaux paramètres affectant leur intégrité chimique incluent : les conditions physico-chimiques (pH, température, exposition à la lumière et à l'oxygène), la composition du milieu (nature des solvants, présence d'ions métalliques, d'enzymes, de protéines ou de fluorures) ainsi que des caractéristiques structurales intrinsèques (degré de glycosylation, acylation des groupements osidiques). (Beye et al., 2015; Riaz et al., 2016). Cette sensibilité multifactorielle explique les défis technologiques rencontrés dans l'utilisation industrielle des anthocyanines, tout en stimulant le développement de stratégies de stabilisation innovantes (Riaz et al., 2016; Wallace et al., 2019).

Chapitre II

Les biscuits



II. Les biscuits

II.1. Historique des biscuits

Dès l'Antiquité, plusieurs civilisations, dont les Égyptiens, les Perses et les Romains, développèrent des techniques de double cuisson pour produire des aliments secs et durables. Ces préparations, ancêtres des biscuits modernes, répondaient à un impératif de conservation des denrées alimentaires dans des contextes de pénurie ou de longs voyages (Davidson, 2024).

Durant l'époque médiévale et moderne, les biscuits devinrent un élément crucial du régime alimentaire des marins et des soldats, en raison de leur longue durée de conservation. Les grandes expéditions maritimes européennes (XVe-XVIIIe siècles) les adoptèrent comme ration de survie, permettant ainsi la traversée des océans vers l'Asie, l'Afrique et les Amériques. Leur valeur énergétique et leur résistance aux conditions climatiques extrêmes en firent un aliment stratégique dans l'histoire des navigations longue distance (Davidson, 2024).

II.2. Définition des biscuits

Le mot « biscuit » vient du latin et signifie « cuit deux fois », en référence à la méthode traditionnelle où les biscuits sont d'abord cuits, puis durcis par refroidissement. Ce terme est issu du français moderne. En italien, on l'appelle « Biscotti », tandis qu'en allemand et en néerlandais, il est connu sous les noms de « Zweiback » et « Beschuit » respectivement (Shah et al., 2023).

Sur le plan techno-alimentaire, le biscuit se caractérise comme un produit de boulangerie sèche obtenu par cuisson d'une pâte non levée composée principalement de farine, de sucre et de matières grasses. Sa formulation spécifique et son procédé de fabrication (notamment la double cuisson historique) conduisent à des caractéristiques distinctives (Agu et al., 2014).

II.3. Classification des biscuits

II.3.1. Selon la technologie

D'un point de vue technico-fonctionnel, les biscuits peuvent être catégorisés selon une typologie quintuple basée sur leurs paramètres technologique, leurs procédés de fabrication et les caractéristiques du produit fini (Hu et al., 2022) :

a) Biscuits grossiers

- Caractérisés par une texture granuleuse
- Formulation à forte teneur en particules insolubles
- Procédé incluant un mélange minimal pour préserver la structure hétérogène

b) Biscuits durs

- Faible teneur en humidité résiduelle (<5%)
- Structure compacte et résistante
- Procédé de cuisson prolongée à basse température

c) Biscuits croustillants

- Texture fragile à rupture nette
- Équilibre spécifique entre hydratation et cuisson
- Structure alvéolaire contrôlée

d) Biscuits croustillants sucrés

- Ajout significatif de saccharose (15-30%)
- Caramélisation partielle en surface
- Transition vitreuse contrôlée lors du refroidissement

e) Biscuits fermentés

- Incorporation d'agents levant (biochimiques ou chimiques)
- Développement de structures alvéolaires
- Profil aromatique complexe par réactions de Maillard.

II.3.2. Selon le gout

On peut distinguer également trois types de biscuits selon leurs caractéristiques gustatives (Misra et al., 2014):

a) Biscuits sucrés

- Élaborés à partir d'une pâte tendre et riche en matière grasse
- Caractérisés par une humidité plus élevée que les autres types
- Texture souvent friable et fondante

b) Biscuits demi-sucrés (ou "biscuits à thé")

- Préparés avec une pâte ferme et peu grasse
- Teneur réduite en sucre par rapport aux biscuits classiques
- Croquants et légers, idéaux pour accompagner les boissons

c) Biscuits salés (crackers et biscuits soufflés)

- Fabriqués à partir d'une pâte fermentée ou non, pauvre en sucres
- Faible en matières grasses dans leur composition de base
- Cependant, leur teneur lipidique apparente augmente après enrobage à l'huile (par pulvérisation ou badigeonnage).

II.3.3. Selon le traitement post-cuisson

Les biscuits peuvent également être catégorisés selon leur traitement post-cuisson, qui inclut diverses finitions gourmandes (Manley, 2011):

- a) **Biscuits fourrés** : assemblés par une couche de crème entre deux biscuits
- b) **Biscuits enrobés** : recouverts d'une couche de chocolat
- c) **Biscuits moulés dans le chocolat** : noyés ou moulés dans une coque chocolatée
- d) **Biscuits glacés** : partiellement recouverts d'un glaçage sec brillant
- e) **Biscuits garnis** : agrémentés de confiture, de guimauve, ou d'une combinaison des deux.

II.4. Technologie des biscuits**II.4.1. Composition et rôles des ingrédients dans les biscuits****a) Farine**

La farine apporte deux composants fonctionnels majeurs : l'amidon, qui sert de squelette à la pâte, et les protéines (gluten), qui forment un réseau structurant. Son taux protéique influence directement les caractéristiques du biscuit - plus il est élevé, plus la pâte gagne en hydratation et en cohésion, tout en réduisant le temps de cuisson pour obtenir des biscuits plus tendres et plus foncés. Parallèlement, l'humidité de la farine et le dosage en eau déterminent la viscosité de la pâte et son étalement à la cuisson, affectant ainsi la texture et les dimensions finales du biscuit (Hu et al., 2022).

b) Sucre :

Le saccharose apporte la douceur, la couleur dorée et le croustillant aux biscuits, complété par des sucres réducteurs (10-20% en sirop). Plus la teneur en sucre est élevée, plus la pâte devient tendre car il limite le développement du gluten. Il ralentit également la cuisson en augmentant la température de gélatinisation, favorise l'étalement du biscuit grâce

à la fusion des cristaux pendant la cuisson, et crée une texture plus croustillante lors du refroidissement par formation d'une structure vitreuse caractéristique (Shah et al., 2023).

c) Matières grasses :

Les lipides occupent une position déterminante dans la formulation des biscuits, se classant comme le troisième constituant majeur après les fractions amylacées et saccharidiques (Hassan et al., 2010).

La matière grasse joue plusieurs rôles clés dans la fabrication des biscuits. En enrobant les particules de farine, elle limite l'hydratation et réduit le développement du gluten, évitant ainsi une pâte trop élastique et un biscuit dur. Elle inhibe également la diffusion du dioxyde de carbone pendant la cuisson en formant une couche protectrice autour de la farine, ce qui contribue à une texture plus fine et plus tendre. De plus, la graisse améliore l'usinabilité de la pâte, facilitant son façonnage après la coupe, et influence les propriétés texturales finales du biscuit. Enfin, en interagissant avec les autres ingrédients, elle optimise les caractéristiques mécaniques, rhéologiques et organoleptiques du produit fini (Shah et al., 2023).

d) Eau :

L'eau joue un rôle essentiel dans la formulation des biscuits en assurant plusieurs fonctions clés. Elle hydrate les protéines du gluten (gliadine et gluténine), favorisant leur structuration en réseau, tout en gélatinisant l'amidon lors de la cuisson, ce qui contribue à la texture finale (Maache-Rezzoug et al., 1998). Elle agit également comme solvant pour les composés solubles (sucres, sels, levures) et comme milieu de dispersion homogène pour les autres ingrédients (Ahmad et al., 2014; Maache-Rezzoug et al., 1998). La qualité de l'eau influence directement les propriétés rhéologiques de la pâte : les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} (eau dure) renforcent les liaisons protéiques (« effet de serrage »), tandis qu'une eau douce (faible minéralisation) induit un relâchement du réseau glutineux (« effet de desserrage »). Ces paramètres sont particulièrement critiques en production industrielle, où la reproductibilité des propriétés mécaniques de la pâte est déterminante (Ahmad et al., 2014).

e) Lait en poudre :

En biscuiterie, le lait entier en poudre s'est imposé comme une alternative pratique au lait frais, et pour cause ! Sa longue conservation et sa qualité constante en font un ingrédient fiable pour les fabricants. Mais ses atouts ne s'arrêtent pas là. Ce produit multifonction agit comme un excellent agent humectant, facilitant l'obtention d'une pâte parfaitement homogène. Son lactose, ou sucre du lait, joue un rôle clé dans le développement d'une belle

coloration dorée lors de la cuisson, tout en améliorant la rétention d'eau pour des biscuits plus moelleux (Ahmad et al., 2014).

f) Sel

Le sel joue un rôle multifonctionnel dans la fabrication des biscuits. En premier lieu, il modifie les propriétés du gluten en renforçant la structure du réseau gluténique (Misra et al., 2014), augmentant ainsi la fermeté de la pâte et facilitant sa manipulation lors des différentes étapes de transformation. Il agit comme régulateur en modulant l'activité fermentaire (ralentissant le développement des levures) et en influençant la cinétique des réactions de Maillard pour un contrôle optimal de la coloration. Enfin, son action sur la déshydratation superficielle pendant la cuisson contribue à l'obtention d'une croûte plus dense et croustillante, caractéristique essentielle pour de nombreux types de biscuits (Hu et al., 2022).

g) Levure chimique

La levure chimique est indispensable dans la fabrication des biscuits modernes. Son action repose sur un processus chimique en deux étapes : une première réaction au contact des ingrédients liquides lors du malaxage, suivie d'une seconde activation sous l'effet de la chaleur du four. Ce mécanisme engendre trois effets visibles : un gonflement optimal de la pâte grâce à la formation de bulles de gaz, l'obtention d'une texture parfaitement aérée et friable, et une distribution uniforme des alvéoles dans toute la structure du biscuit (Misra et al., 2014).

II.4.2. Processus de fabrication des biscuits

Le biscuit peut être fabriqué selon des procédés classiques. Parmi les techniques standards, la méthode du crémage, telle que rapportée par Okaka, était couramment employée pour la production de biscuits à base de céréales et de légumineuses. La recette de base comprenait les ingrédients suivants : farine composite (100 %), matière grasse (40 %), sucre (60 %), lait (4 %), sel (2 %) et poudre à lever (1 %) (Misra et al., 2014).

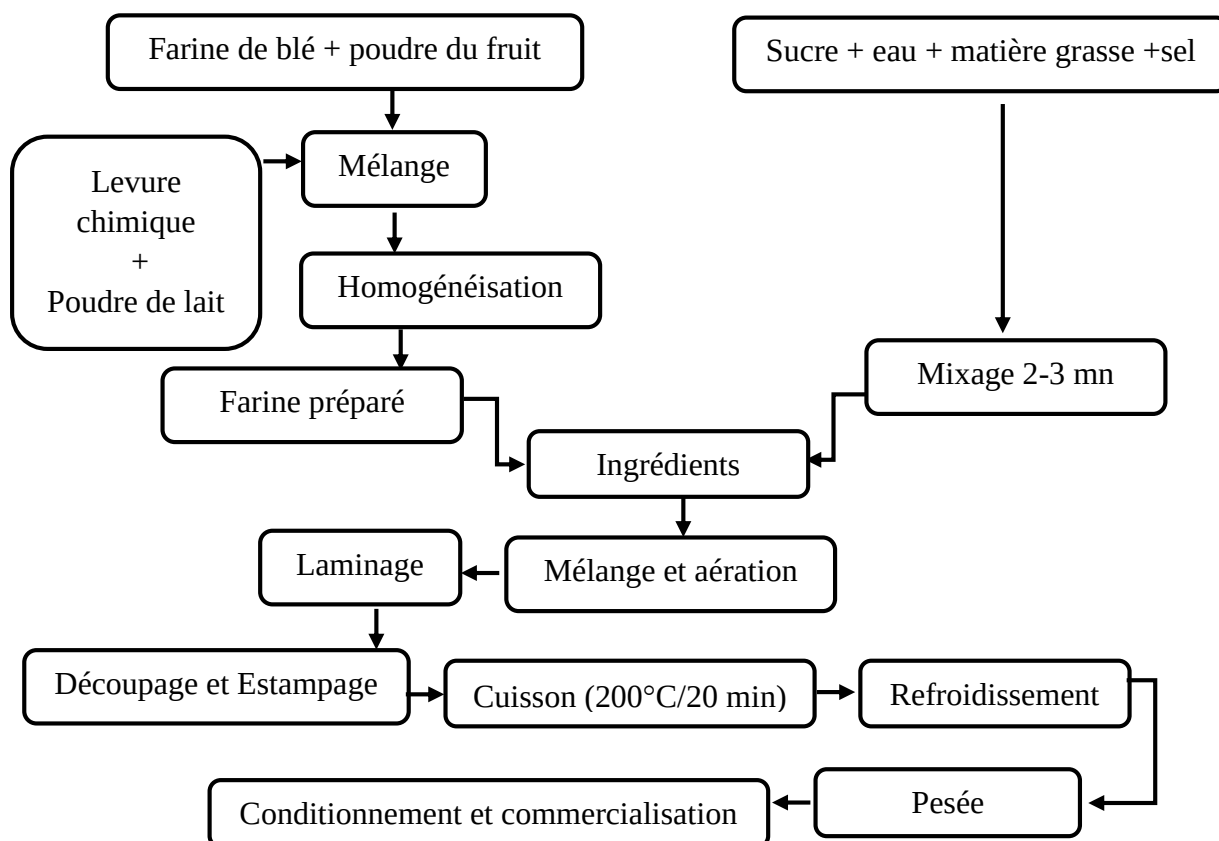


Figure 5 : diagramme de fabrication de biscuit (Misra et al., 2014; Vodouhè-Egueh et al., 2017).

II.5. Valeur nutritionnelle

Considérés parmi les produits de boulangerie les plus consommés à l'échelle mondiale, les biscuits se caractérisent souvent par une teneur élevée en lipides, en glucides simples et en calories. Cependant, leur composition nutritionnelle présente généralement des carences en fibres alimentaires, en micronutriments essentiels et en composés vitaminiques (Kārklīņa et al., 2012)

Tableau III : Composition nutritionnelle des biscuits standards disponibles sur le marché (Shah et al., 2023).

Biscuits standard (g pour 100 g)	
Energie	448 kcal
Glucides	68.8
dont les sucres	32.5
Gras	16.7
Protéine	4.8
Sodium	0.2
Fibre	1.7
Poly-saturés	1.9
Mono-saturés	6.8

II.6. Intérêts des biscuits enrichis

Aujourd'hui, les biscuits font partie des aliments les plus consommés à l'échelle mondiale. Leur succès s'explique par leur côté pratique ils sont prêts à être mangés tels quels et par leur apport énergétique non négligeable (Zucco et al., 2011). Justement, parce qu'ils sont face à la demande croissante pour une alimentation saine, leur enrichissement en composés naturels (vitamines, minéraux, polyphénols, fibres) devient stratégique (Masmoudi et al., 2021).

Les biscuits représentent une solution alimentaire innovante et pratique pour adresser les carences nutritionnelles, particulièrement chez les enfants vulnérables. Leur popularité, leur longue conservation et leur formulation adaptable en font des supports idéaux pour des programmes d'enrichissement alimentaire visant à combattre la malnutrition et ses conséquences, comme le retard de croissance (Mamun et al., 2024).

L'incorporation de farines composites dans les biscuits représente une solution convaincante qui permettrait d'améliorer leur valeur nutritive tout en profitant de leur large diffusion. Les poudres de fruits et légumes déshydratés, en particulier, offrent des avantages nutritionnels significatifs par l'apport de micronutriments essentiels (vitamines, minéraux)

et de composés bioactifs (polyphénols, fibres) ; tout en maintenant les caractéristiques sensorielles appréciées du produit final (couleur, saveur) (Masmoudi et al., 2021; Salehi, 2019; Zucco et al., 2011).

Partie II

Partie pratique

Matériel et méthodes



I.1. Matériel végétal

I.1.1. Echantillonnage

L'espèce du fruit *Prunus spinosa* L. utilisée dans cette étude a été récoltée durant le mois de septembre (figure7) au niveau de la région Chellata située à environ 55 km au sud-est de la ville de Bejaïa. Les coordonnées géographiques sont 36° 29' 12" N, 4° 30' 37" E (figure 6). Cette région est caractérisée par un climat : frais et humide, avec des hivers parfois neigeux.

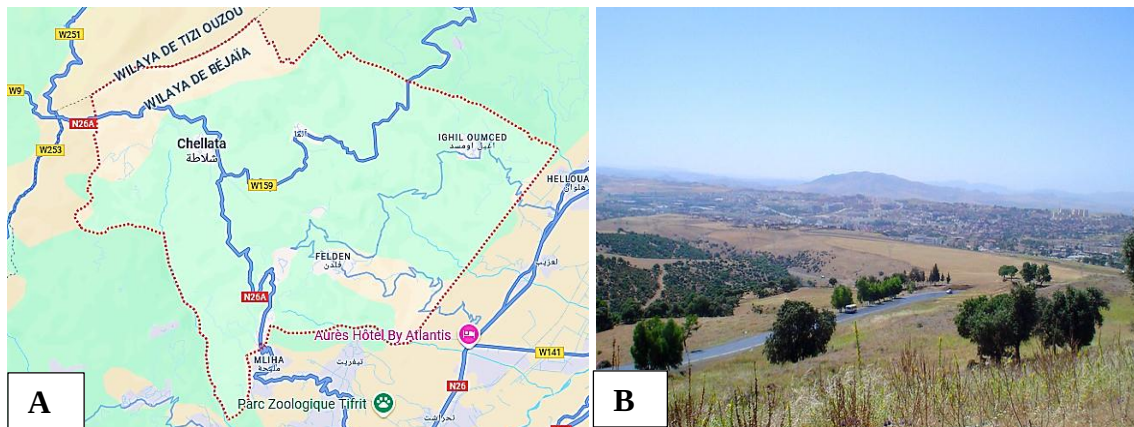


Figure 6. Carte de situation géographique de la zone de collecte des échantillons (Chellata, Bejaïa) (A), Zoom sur le lieu de récolte (B).



Figure 7. Photos de pruniers (C) & (D) et Photos de prunelles (E) (photos prises par moi-même, 2025)

I.1.2. Préparation de la poudre du fruit

Après un nettoyage soigneux, les fruits ont été soumis à un séchage à l'air libre, à température ambiante, sur des grilles perforées, afin de diminuer leur teneur en eau. Une fois dénoyautés, ils ont été placés dans une étuve ventilée à 40 °C pour un séchage complémentaire d'une durée de trois jours ; les fruits ainsi séchés ont ensuite été broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Cette poudre a été conservée dans des contenants hermétiquement fermés, à l'abri de la lumière, pour préserver ses qualités.



Figure 8. La poudre de prune

I.2. Biscuit

I.2.1. Matériel utilisé

Tout le matériel utilisé pour la formulation du biscuit et la compote sont illustrés dans l'annexe N°01

I.2.2. Formulation du biscuit

Les biscuits ont été préparés selon une recette de base comprenant farine, sucre en poudre, levure chimique, margarine, sel et eau pour former une pâte homogène. Pour les versions enrichies (BP), une partie de la farine a été substituée par de la poudre de prunelles selon trois taux d'incorporation : 3 %, 5,5 % et 8 %. La pâte a ensuite été abaissée à 0,5 cm d'épaisseur, découpée en rondelles, puis cuite au four à 170 °C pendant 10 minutes. Cette approche permet d'évaluer l'impact de différents taux d'enrichissement en poudre de prunelles sur les caractéristiques organoleptiques des biscuits.

I.3. Matériel employé en laboratoire

L'annexe N°03 représente les matériels utilisés pour les analyses en laboratoire.

I.4. Méthode d'extraction des composés bioactifs des biscuits

L'objectif de cette méthode est d'isoler les composés phytochimiques en utilisant à la fois un dégraissage initial et une extraction éthanolique assistée par ultrasons

Selon (Sik et al., 2024) la méthode d'extraction des composés bioactifs se fait comme suit :

I.4.1. Dégraissage préalable

Pour chaque échantillon, nous avons soumis 3 g de poudre de biscuit (témoin et échantillons aux différentes concentrations). Ils ont été traités avec 30 ml d'hexane dans un bain ultrasonique pendant 10 min. L'hexane a ensuite été récupéré par décantation et versé dans un flacon dédié. Cette étape de dégraissage a été répétée une fois pour assurer l'élimination complète des lipides. Les poudres dégraissées ont finalement été séchées à température ambiante pendant une nuit avant l'extraction ultérieure des composés bioactifs.

I.4.2. Extraction des composés bioactifs

Pour l'extraction des composés bioactifs, la poudre dégraissée (1,5 g) a été mélangée à 30 ml d'une solution hydroéthanolique (50 % éthanol / 50 % eau distillée, v/v), puis soumise à une sonication (10 min). Les extraits ont été filtrés, centrifugés (1500g, 15 min), et les surnageants ont été récupérés dans des flacons opaques conservés à 4 °C en vue des analyses phytochimiques ultérieures (dosage des polyphénols, flavonoïdes, etc.)

I.5. Méthodes d'analyses physico-chimiques

I.5.1. Mesure des paramètres physiques

❖ Mode opératoire

Le poids des biscuits a été mesuré à l'aide d'une balance analytique de précision. Sur six échantillons prélevés avant et après cuisson. Le diamètre et l'épaisseur ont été déterminés à l'aide d'un pied à coulisse, à raison de six mesures par biscuit (Mamat et al., 2010; Murungweni et al., 2025).

Le diamètre et l'épaisseur des différents biscuits ont été mesurés pour calculer le ratio d'étalement et la perte à la cuisson selon les équations suivantes :

$$\text{ratio d'étalement} = \frac{\text{diamètre}}{\text{épaisseur}}$$

$$\text{perte à cuisson(\%)} = [\text{poids avant cuisson} - \text{poids après cuisson}] \times 100$$

I.5.2. Détermination des paramètres chimiques

I.5.2.1. Mesure de l'acidité titrable

❖ Principe

Le dosage repose sur la neutralisation de l'acidité de la solution issue de l'échantillon, en utilisant une solution de soude (NaOH) comme titrant et la phénolphtaléine comme indicateur coloré (Cheikhi et al., 2019).

❖ Mode opératoire

Un volume de 100 ml d'eau distillée a été ajouté à 10 g d'échantillons (biscuit témoin sans poudre de fruit ; et 3 biscuits avec poudre de fruit à différentes concentrations) ; suivi d'une agitation de 15 minutes puis d'une filtration sur du papier filtre Whatman n°4. Deux à trois gouttes de phénolphtaléine ont ensuite été ajoutées au filtrat, puis le mélange a été titré avec une solution de NaOH 0,1N jusqu'au virage colorimétrique vers le rose persistant quelques secondes (Armél Fabrice et al., 2021).

$$\text{Acidité titrable} = \frac{N_0 \times V_0(\text{ml}) \times M}{V_1(\text{ml}) \times P}$$

Avec

N₀ : 0,1 (normalité de NaOH)

V₀ : volume de NaOH (chute de burette)

M : masse moléculaire de l'acide citrique (192g/mol)

V₁ : volume d'échantillon dilué

P : 3 (nombre de protons portés par l'acide citrique)

I.5.2.2. Mesure du pH

❖ Principe

La détermination du pH selon la méthode AFNOR se base sur la mesure de la différence de potentiel entre deux électrodes plongées dans l'échantillon (Cheikhi et al., 2019).

❖ Mode opératoire

L'électrode en verre du pH-mètre a été plongée dans 50 ml de la solution filtrée, et la valeur du pH a été relevée puis enregistrée une fois la lecture stabilisée. Cette mesure a été effectuée en triplicata (Armél Fabrice et al., 2021; van Swaaij et al., 2024).

I.5.2.3. Mesure du degré Brix

❖ Principe

Le degré Brix (°Brix) représente la concentration en solides solubles totaux dans une solution, exprimée en grammes pour 100 grammes d'échantillon (g/100g) (Smati et al., 2017).

❖ Mode opératoire

Les mesures ont été réalisées avec un réfractomètre électronique portable. Après étalonnage avec de l'eau distillée, une goutte de chaque échantillon a été déposée sur le prisme de lecture. Trois mesures ont été effectuées par échantillon, et la valeur moyenne a été retenue pour l'analyse (Novidzro et al., 2019; Smati et al., 2017).

I.5.2.4. Mesure du Taux d'humidité

❖ Principe

Le principe de détermination de l'humidité repose sur la mesure de la perte de masse d'un échantillon après séchage thermique (AACC).

❖ Mode opératoire

Pour déterminer la teneur en humidité, des échantillons de biscuits (3 g) ont été placés dans des coupelles en verre puis séchés à 105 °C en étuve jusqu'à obtention d'un poids constant. La mesure a été calculée par la différence entre les masses avant et après séchage, reflétant ainsi la perte en eau de l'échantillon (Armél Fabrice et al., 2021; Mamat et al., 2010).

Le pourcentage d'humidité est calculé à partir de la perte de masse de l'échantillon, selon la formule suivante (Smati et al., 2017) :

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

Avec

H % : Humidité

M₁ : masse de la capsule et matière fraîche avant séchage en g.

M₂ : masse de l'échantillon après séchage en g.

P : la masse de la prise d'essai en g.

I.6. Méthodes d'analyses phytochimiques

I.6.1. Dosage des composés phénoliques totaux (TPC)

❖ Principe

Le dosage des polyphénols utilise la méthode de Folin-Ciocalteu. En milieu alcalin, les polyphénols réduisent le réactif constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$), formant des oxydes de tungstène et de molybdène qui développent une coloration bleue. L'intensité de cette coloration permet d'évaluer la concentration en polyphénols totaux de l'échantillon (Boizot et al., 2006; Khadhri et al., 2013).

❖ Mode opératoire

Le protocole utilisé est basé sur celui décrit par Singleton et Ross, (1965) en y apportant quelques modifications (Ali-Rachedi et al., 2018). Le protocole est détaillé sous forme de schéma voire l'annexe N°04

I.6.2. Dosage des Flavonoïdes Totaux (TFC)

❖ Principe

La quantification des flavonoïdes totaux repose sur leur aptitude à former un complexe coloré en présence de trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$). En milieu acide ou alcoolique, les groupements phénoliques des flavonoïdes, notamment les fonctions cétone ($C=O$) et hydroxyle ($-OH$), réagissent avec les ions Al^{3+} pour former un complexe stable, dont la coloration varie du jaune au brunâtre. L'intensité de cette coloration, mesurée par spectrophotométrie à 510 nm, est proportionnelle à la concentration en flavonoïdes présents dans l'échantillon (Dif et al., 2015; Khouchlaa et al., 2018).

❖ **Mode opératoire**

Le protocole appliqué, adapté des travaux de Zhishen et al. (1999) et Kim et al. (2003), est illustré de manière synthétique dans l'annexe N°05 (Ali-Rachedi et al., 2018).

I.6.3. Activité antiradicalaire DPPH

❖ **Principe**

Cette méthode repose sur la capacité des antioxydants à neutraliser le radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl), un composé stable de couleur violette (absorbance maximale à 517 nm). Lors de la réaction, les molécules antioxydantes réduisent le DPPH, provoquant une décoloration proportionnelle à leur pouvoir piégeur, observable par le passage du violet au jaune pâle. L'activité antiradicalaire est ainsi déterminée par spectrophotométrie (Bohui et al., 2018; van Swaaij et al., 2024).

❖ **Mode opératoire**

Le protocole adapté pour l'évaluation de l'activité antioxydante repose sur celui décrit par Lesage-Meessen et al. (2001), est illustré de manière synthétique dans l'annexe N°06 (Soufi et al., 2023).

L'activité antiradicalaire est exprimée en mg équivalent acide ascorbique pour 100 g de biscuit.

I.6.4. Pouvoir réducteur de fer (PRF)

❖ **Principe**

L'évaluation du pouvoir réducteur repose sur la capacité des antioxydants végétaux à transférer des électrons aux ions métalliques. Dans ce contexte, le ferricyanure de potassium ($K_3 Fe(CN)_6$) joue un rôle essentiel en libérant des ions ferriques Fe^{3+} qui servent de cible redox. Ces ions sont réduits en ions ferreux Fe^{2+} par les composés phénoliques et autres molécules antioxydantes présentes dans l'extrait étudié. Ce principe fondamental, similaire à celui de la méthode FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power), dans laquelle la formation de Fe^{2+} , mesurée par spectrophotométrie, permet d'estimer la capacité réductrice totale de l'échantillon (Ghedadba et al., 2015; Khadhri et al., 2013).

❖ **Mode opératoire**

Le protocole utilisé est adapté de celui proposé par Oyaizu (1986). Le protocole est illustré sous forme de schéma, voire l'annexe N°07

Les résultats du pouvoir réducteur sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide ascorbique pour 100 grammes de biscuit (mg EAA/100 g MS), déterminés à l'aide d'une courbe d'étalonnage (Oyaizu, 1986).

I.7. Analyse sensorielle

Quinze personnes d'âges et de sexes différents ont été recrutées pour être panélistes d'une analyse sensorielle. Chaque consommateur a reçu 4 biscuits différents. Les biscuits ont été codés à l'aide d'alphabets et servis à température ambiante dans un ordre aléatoire. L'eau a été fournie pour nettoyer la bouche des consommateurs entre la dégustation de chaque échantillon. Les biscuits ont été évalués sur la base de couleur, texture, arôme, saveur, goût et la préférence générale selon une échelle hédonique en 7 points.

Parallèlement, une analyse hédonique a été conduite auprès de 120 consommateurs supplémentaires dans des conditions identiques, afin de valider les résultats à plus grande échelle et d'enrichir les données sensorielles recueillies. (Voir l'annexe N°O8)

Après identification de la concentration optimale préférée par les consommateurs, celle-ci a été utilisée pour développer une variante sous forme de barquettes garnies de compote. Une seconde évaluation sensorielle a été réalisée auprès de 15 experts pour comparer l'appréciation globale de cette nouvelle formulation avec le biscuit de référence enrichi en poudre de prune, préalablement identifié comme le plus apprécié.

I.8. Analyse statistique

Les paramètres de la statistique descriptive (moyennes et écart types) ont été calculés à l'aide du programme Microsoft Excel 2016. Ainsi que l'évaluation sensorielle hédonique a été conduite avec XL-Stat 2014. Les représentations graphiques et les analyses de variance complétées par les tests post-hoc de Tukey et de Student ont été réalisées au moyen du logiciel JMP Pro 16.

Résultats et discussion



II.1. Analyse des paramètres physiques

Les résultats des paramètres physiques des quatre échantillons préparés : témoin, et les autres biscuits enrichis à différentes concentrations (B 3%, B 5,5%, B 8%) sont présentés dans le tableau IV

Tableau IV : Analyse physiques des biscuits.

Paramètre	Echantillon	Valeur moyenne $\pm$ Ecart-type
Diamètre (cm)	Témoin	$3,69 \pm 0,02^a$
	B 3%	$3,57 \pm 0,04^b$
	B 5,5%	$3,53 \pm 0,08^{b, c}$
	B 8%	$3,47 \pm 0,05^c$
Epaisseur (cm)	Témoin	$0,6 \pm 0,09^a$
	B 3%	$0,67 \pm 0,05^a$
	B 5,5%	$0,72 \pm 0,04^{a, b}$
	B 8%	$0,75 \pm 0,05^b$
Ratio d'étalement	Témoin	$6,27 \pm 0,95^a$
	B 3%	$5,38 \pm 0,48^{a, b}$
	B 5,5%	$4,92 \pm 0,34^b$
	B 8%	$4,64 \pm 0,35^b$
Poids (g)	Témoin	$7,37 \pm 0,39^a$
	B 3%	$7,64 \pm 0,04^{a, b}$
	B 5,5%	$7,66 \pm 0,07^{a, b}$
	B 8%	$7,7 \pm 0,02^b$
Perte à la cuisson (%)	Témoin	$11,31 \pm 0,28^a$
	B 3%	$10,16 \pm 0,33^b$
	B 5,5%	$9,82 \pm 0,86^b$
	B 8%	$9,45 \pm 0,29^b$

Le ratio d'étalement (diamètre/épaisseur) caractérise la rhéologie de la pâte et l'impact des ingrédients sur sa structure, tandis que la perte à la cuisson reflète l'efficacité thermique

et la rétention hydrique. Ces paramètres sont essentiels pour optimiser les formulations enrichies et standardiser les propriétés physico-texturales des biscuits (Arepally et al., 2020).

Le tableau ci-dessus illustre l'évolution du ratio d'étalement et de la perte à la cuisson (%) dans les biscuits enrichis en poudre de prunelle.

Concernant le ratio d'étalement, une diminution significative ($p < 0,05$) est observée avec l'augmentation de la concentration en poudre de prunelle. Le témoin présente un ratio moyen de $6,27 \pm 0,95$, tandis que les biscuits enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % affichent respectivement des valeurs de $5,38 \pm 0,48$; $4,92 \pm 0,34$ et $4,64 \pm 0,35$. Cette tendance décroissante indique que l'incorporation de poudre de prunelle limite l'expansion horizontale de la pâte, ce qui se traduit par des biscuits plus épais et moins larges. Cette réduction peut être attribuée à la présence importante de fibres alimentaires dans la poudre de prunelle, connues pour absorber l'eau et augmenter la viscosité de la pâte, réduisant ainsi sa fluidité durant la cuisson (Pareyt et al., 2010; Sudha et al., 2007).

En parallèle, la perte à la cuisson suit une évolution inverse. Le biscuit témoin présente une perte moyenne de 11,31 %, contre 10,16 %, 9,82 % et 9,45 % pour les biscuits enrichis respectivement à 3 %, 5,5 % et 8 %. Cette réduction significative de la perte à la cuisson dans les échantillons enrichis est probablement due à la capacité des fibres à retenir l'eau dans la matrice alimentaire, limitant ainsi son évaporation pendant la cuisson. De plus, certaines interactions entre les polyphénols, les protéines et les amidons pourraient également jouer un rôle dans la stabilisation thermique de la pâte (Purlis, 2010).

II.2. Analyse des paramètres chimiques

Les résultats des paramètres chimiques des quatre échantillons préparés : témoin, et les autres biscuits enrichis à différentes concentrations (3%, 5,5%, 8%) sont présentés dans le tableau V

Tableau V : Analyses physico-chimiques de différents lots de biscuits étudiés au cours du stockage.

Echantillon	Temps	pH	Acidité titrable (g/L)	Humidité(%)	Indice de brix (%)
T	J0	6,65 ± 0,005	1,44 ± 0,08	5,64 ± 0,38	1,3 ± 0,00
	J45	6,52 ± 0,006	0,88 ± 0,03	5,84 ± 0,05	1,63 ± 0,06
	Prob.>F	<.0001*	0,0003*	0,0056*	0,0006*
3%	J0	6,45 ± 0,005	1,68 ± 0,008	6,39 ± 0,008	1,43 ± 0,06
	J45	6,4 ± 0,005	1,15 ± 0,00	6,09 ± 0,009	1,8 ± 0,00
	Prob.>F	0,0004*	0,0004*	0,0088*	0,0004*
5,5%	J0	6,23 ± 0,00	2,02 ± 0,00	6,43 ± 0,06	1,6 ± 0,00
	J45	6,21 ± 0,005	1,44 ± 0,00	6,13 ± 0,00	1,8 ± 0,00
	Prob.>F	0,0022*	<.0001*	0,0008*	<.0001*
8%	J0	6,05 ± 0,005	2,54 ± 0,08	6,54 ± 0,02	1,77 ± 0,06
	J45	6 ± 0,005	1,87 ± 0,08	6,28 ± 0,08	1,97 ± 0,06
	Prob.>F	0,0008*	0,0003*	0,0043*	0,0132*

II.2.1. pH

Le pH constitue un paramètre analytique fondamental employé dans divers secteurs industriels et scientifiques, tant pour la caractérisation des produits finis que pour le contrôle qualité des procédés de fabrication (Benyagoub et al., 2011).

Le pH constitue un paramètre critique dans la stabilité microbiologique des aliments, agissant comme facteur limitant majeur pour le développement des micro-organismes (Nielsen, 2010).

Les résultats montrent une diminution significative ($p < 0,05$) du pH pour tous les échantillons après 45 jours qui varient de $6,65 \pm 0,005$ à $6,52 \pm 0,006$ pour le témoin, de $6,45 \pm 0,005$ à $6,4 \pm 0,005$ pour le biscuit à 3%, de $6,23 \pm 0,00$ à $6,21 \pm 0,005$ pour le biscuit à 5,5%, et de $6,05 \pm 0,005$ à $6 \pm 0,005$ pour le biscuit à 8%. Les résultats sont en accord avec les observations de (Price et al., 2020) pour des biscuits enrichis en marc de prune (pH 5,9–6,1 à 7%). Cette similarité confirme le potentiel acidifiant élevé des fruits du genre *Prunus*, attribuable à leur teneur naturelle en acides organiques (malique, citrique) et à leur pouvoir tampon.

La diminution significative mais contrôlée du pH ($p < 0,05$), plus atténuée dans les biscuits enrichis, révèle l'effet tampon des composés phénoliques de la prunelle, tout en

restant dans les limites acceptables pour la stabilité microbiologique des produits céréaliers (pH > 6,0) (Food et al., 2012; Nielsen, 2010).

II.2.2. Acidité titrable

L'acidité titrable permet d'évaluer la concentration totale en acides d'un aliment, ce qui est crucial pour maîtriser sa saveur, sa couleur, sa stabilité microbienne et sa qualité globale, tout en servant d'indicateur de maturité pour les produits végétaux (Tyl et al., 2017).

Les résultats obtenus montrent une diminution significative ($p < 0,05$) de l'acidité titrable (g/l) pour tous les échantillons après 45 jours qui varient de $1,44 \pm 0,08$ à $0,88 \pm 0,03$ pour le témoin, de $1,68 \pm 0,008$ à $1,15 \pm 0,00$ pour le biscuit à 3%, de $2,02 \pm 0,00$ à $1,44 \pm 0,00$ pour le biscuit à 5,5%, et de $2,54 \pm 0,08$ à $1,87 \pm 0,08$ pour le biscuit à 8%. L'étude révèle une relation directe entre le taux d'enrichissement en poudre de prune et l'évolution de l'acidité : les échantillons les plus concentrés (8%) présentent à la fois l'acidité initiale la plus élevée (2,54 g/l) et la diminution absolue la plus importante ($\Delta 0,67$) après stockage, donc les biscuits enrichis perdent moins en pourcentage leur acidité que le témoin et malgré la baisse, les biscuits à 5,5% et 8% gardent une acidité élevée ($>1,44$), favorable à la conservation (pH bas inhibe les pathogènes).

Ces observations sont soutenues par Aljumaah (2021) qui démontre que l'ajout de 5-10% de marc de prune réduit le pH des biscuits et améliore leur stabilité microbiologique et Górnas (2019) notant que les acides malique/citrique des fruits à noyau (dont Prunus) restent stables à 60-70% après 60 jours de stockage.

II.2.3. Humidité (%)

Le taux d'humidité constitue un paramètre clé pour déterminer à la fois la maturation d'un produit alimentaire et sa stabilité au cours du temps (Doukani et al., 2014).

Les analyses révèlent une diminution significative ($p < 0,05$) de l'humidité (%) pour tous les échantillons après 45 jours sauf pour le témoin qui a marqué une valeur significative ($p < 0,05$) qui varient de $5,64 \pm 0,38$ à $5,84 \pm 0,05$ pour le témoin, de $6,39 \pm 0,008$ à $6,09 \pm 0,009$ pour le biscuit à 3%, de $6,43 \pm 0,06$ à $6,13 \pm 0,00$ pour le biscuit à 5,5%, et de $6,54 \pm 0,02$ à $6,28 \pm 0,08$ pour le biscuit à 8%. L'évolution différentielle de l'humidité entre les échantillons s'explique par des mécanismes distincts. Pour les biscuits enrichis en prune, la baisse contrôlée d'humidité résulterait principalement de l'action régulatrice des fibres

(notamment les pectines) et des polyphénols qui modulent les transferts hydriques en formant un réseau macromoléculaire limitant la dessiccation, À l'inverse, l'augmentation d'humidité observée dans le témoin s'expliquerait par l'absence de ces composés protecteurs : la matrice simplifiée à base de farine, plus poreuse et dépourvue de substances hygroscopiques naturelles, se montre plus sensible aux échanges avec l'environnement, favorisant l'absorption de vapeur d'eau ambiante au cours du stockage

Cette interprétation s'appuie sur le rôle structurant des polysaccharides (alginate/pectine) qui réduisent la perte d'eau de 20 à 35% via la formation de gels hydrophiles, démontré par (Gómez-Ordóñez et al., 2014).

II.2.4. Indice de Brix (%)

L'indice de Brix, paramètre fondamental en contrôle qualité industriel, quantifie la concentration massique en composés solubles (principalement sucres) dans une phase aqueuse (Turkmen et al., 2011).

Les analyses révèlent une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'indice de Brix (%) pour tous les échantillons après 45 jours qui varient de $1,3 \pm 0,00$ à $1,63 \pm 0,06$ pour le témoin, de $1,43 \pm 0,06$ à $1,8 \pm 0,00$ pour le biscuit à 3%, de $1,6 \pm 0,00$ à $1,8 \pm 0,00$ pour le biscuit à 5,5%, et de $1,77 \pm 0,06$ à $1,97 \pm 0,06$ pour le biscuit à 8%.

L'augmentation du degré Brix observée pour tous les échantillons résulterait principalement de l'hydrolyse de l'amidon en sucres réducteurs et de la libération progressive de composés solubles (sucres simples et polyphénols) issus de la prune (Morrison et al., 1993).

II.3. Analyses phytochimiques

II.3.1. Teneurs en polyphénols totaux

Les composés phénoliques suscitent un intérêt croissant dans la recherche scientifique en raison de leurs multiples effets positifs sur la santé humaine (Chira et al., 2008).

Les quatre biscuits préparés ont été testés pour détecter la présence de polyphénols totaux. Les différents résultats obtenus sont illustrés dans la figure 9

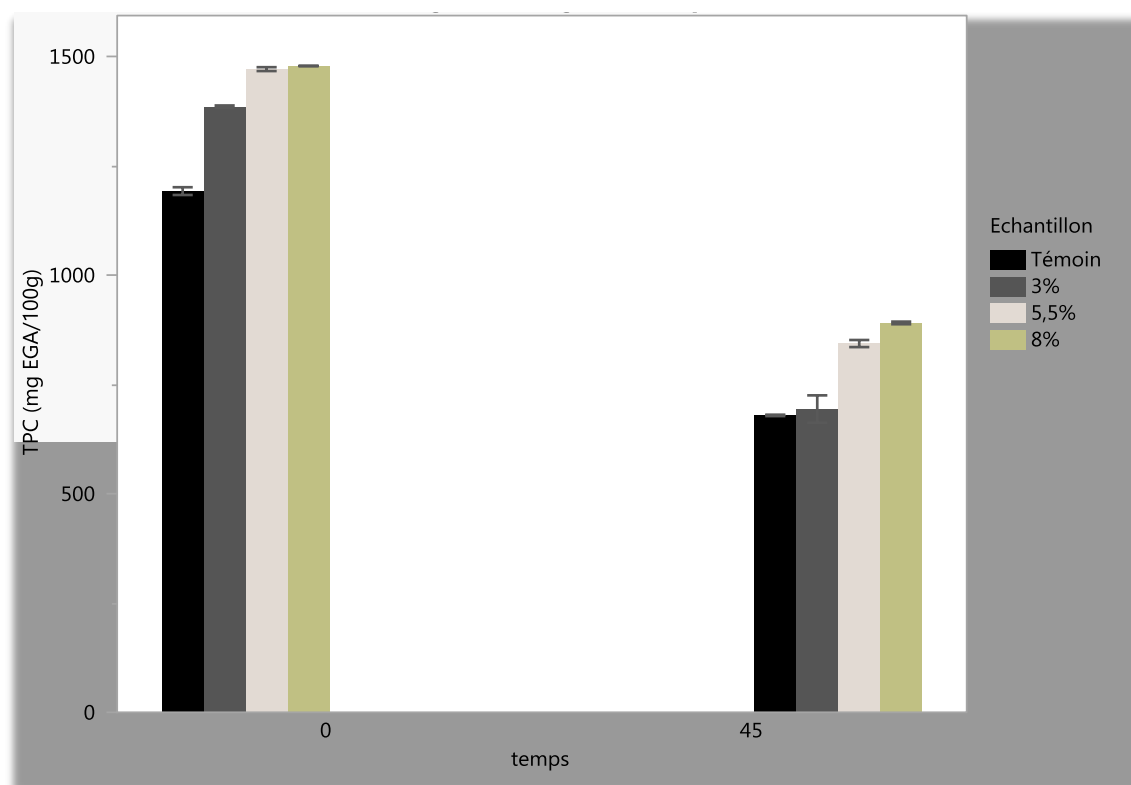


Figure 9. Teneur en composés phénoliques totaux de quatre lots de biscuits au cours du stockage.

La figure ci-dessus illustre l'évolution des composés phénoliques totaux (exprimés en mg équivalent acide gallique/100 g) dans les biscuits au moment de la fabrication (jour 0) et après 45 jours de stockage, en remarquant une diminution significative ($p < 0,05$) dans tous les échantillons

Au jour 0, la teneur en composés phénoliques totaux augmente proportionnellement à la concentration en poudre de prunelle : le témoin affiche une teneur d'environ 1200 mg EGA/100 g ; le biscuit à 3 % atteint environ 1350 mg EGA/100 g; le biscuit à 5,5 % environ 1450 mg EGA/100 g, et le biscuit à 8 % présente la valeur la plus élevée, proche de 1500 mg EGA/100 g. Ces résultats confirment que la poudre de prunelle constitue une source significative de composés phénoliques, ce qui est bien documenté dans la littérature sur *Prunus spinosa* L. (Dragović-Uzelac et al., 2009; Kotsou et al., 2023).

Après 45 jours de stockage, une baisse marquée des teneurs en TPC est observée dans tous les échantillons : Le témoin descend à environ 700 mg EGA/100 g, Les biscuits enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % affichent respectivement 750, 820 et 850 mg EGA/100 g. Cette

diminution peut être attribuée à la dégradation partielle des polyphénols par oxydation, en présence d'oxygène, de lumière ou sous l'effet de la température ambiante (Ramírez-Jiménez et al., 2003). Toutefois, les échantillons fortifiés conservent des niveaux significativement plus élevés de TPC que le témoin à 45 jours, démontrant l'effet protecteur de l'enrichissement en poudre de prunelle.

II.3.2. Teneurs en flavonoïdes totaux

Les polyphénols, et plus particulièrement les flavonoïdes, représentent une ressource naturelle valorisée dans divers secteurs industriels, notamment l'agroalimentaire, la cosmétique et la pharmacie, en raison de leurs propriétés biologiques et fonctionnelles (Bohui et al., 2018).

Les quatre biscuits préparés ont été testés pour détecter la présence de flavonoïdes totaux. Les différents résultats obtenus sont illustrés dans la figure 10

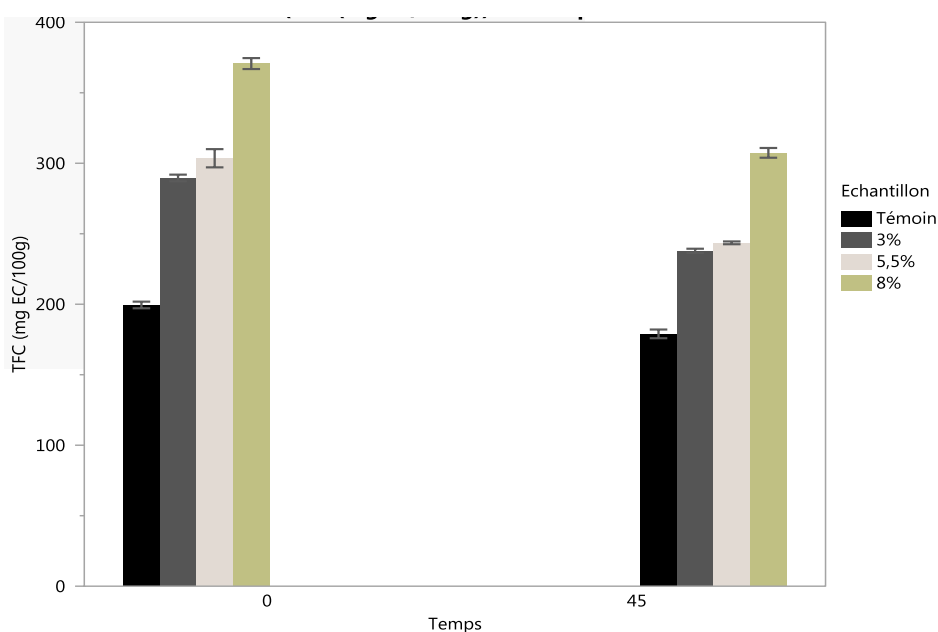


Figure 10. Teneur en flavonoïdes totaux de quatre lots de biscuits au cours du stockage.

La figure ci-dessus illustre l'évolution de la teneur en flavonoïdes totaux (TFC), exprimée en mg équivalent catéchine/100 g de biscuit, dans des biscuits enrichis en poudre de prunelle à différents taux (3 %, 5,5 % et 8 %), comparés à un témoin non enrichi, à deux moments : au jour 0 (après fabrication) et après 45 jours de stockage. Une diminution

significative ($p < 0,05$) de la TFC est observée dans tous les échantillons au cours du stockage.

Au jour 0, la teneur en flavonoïdes totaux augmente avec le taux d'incorporation de poudre de prunelle : le biscuit témoin présente une valeur d'environ 200 mg EC/100 g, tandis que les enrichissements à 3 %, 5,5 % et 8 % atteignent respectivement environ 290, 310 et 370 mg EC/100 g. Ces résultats confirment que la poudre de prunelle (*Prunus spinosa* L.) constitue une source riche en flavonoïdes, comme le rapportent plusieurs études antérieures sur les fruits sauvages riches en polyphénols (notamment anthocyanes et flavonols) (Velickovic et al., 2014).

Après 45 jours de stockage, une baisse notable de la TFC est enregistrée dans tous les lots. Le témoin chute à environ 180 mg EC/100 g, tandis que les échantillons enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % conservent respectivement des teneurs avoisinant 250, 260 et 310 mg EC/100 g. Cette réduction est probablement due à la dégradation oxydative des flavonoïdes, provoquée par l'exposition à l'oxygène, la lumière ou les températures ambiantes au fil du temps, comme l'a souligné (Ramírez-Jiménez et al., 2003). Dans leurs travaux sur la stabilité des polyphénols en conditions de stockage.

II.3.3. Activité antiradicalaire DPPH

Le DPPH est un radical libre largement employé pour mesurer rapidement et simplement l'activité antioxydante, grâce à la stabilité de sa forme radicale et à la facilité de son dosage (Cherif et al., 2006).

Les quatre échantillons de biscuits ont été analysés pour évaluer leur activité antiradicalaire vis-à-vis du DPPH. Les résultats de ces tests sont présentés dans la figure 11

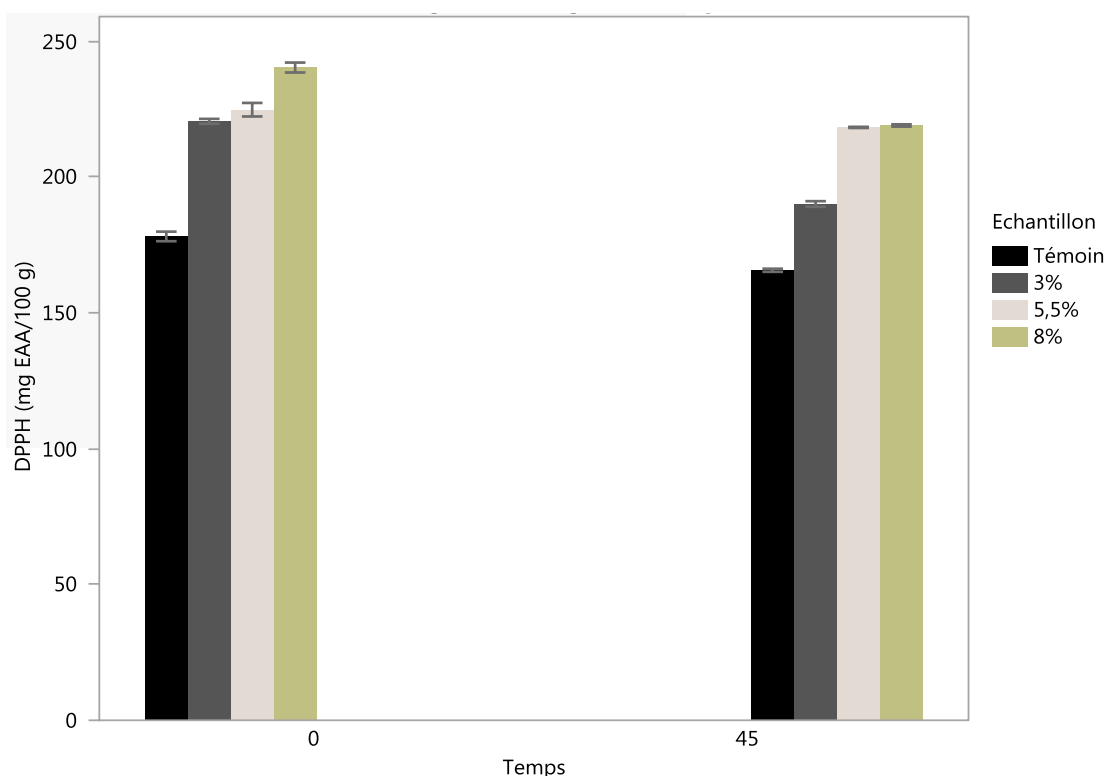


Figure 11. Activité antioxydante mesurée par DPPH de quatre lots de biscuits au cours du stockage.

La figure ci-dessus présente l'évolution de l'activité antioxydante des biscuits, évaluée par la méthode DPPH et exprimée en mg équivalent acide ascorbique pour 100 g (mg EAA/100 g), immédiatement après fabrication (jour 0) et après 45 jours de stockage. Une diminution significative ($p < 0,05$) de l'activité antioxydante est observée dans tous les échantillons au cours du stockage.

Au jour 0, les résultats montrent une augmentation progressive de l'activité antioxydante avec le taux d'incorporation de poudre de prunelle. Le témoin (non enrichi) présente une activité d'environ 180 mg EAA/100 g, tandis que les biscuits enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % atteignent respectivement 220, 230 et 245 mg EAA/100 g. Cette tendance confirme la richesse en composés antioxydants de la poudre de prunelle (*Prunus spinosa* L.), notamment en anthocyanes, flavonoïdes et acides phénoliques, comme le rapportent de nombreuses études (María Ruiz-Rodríguez et al., 2014; Velickovic et al., 2020).

Après 45 jours de stockage, nous observons une baisse modérée de l'activité antioxydante dans tous les lots. Le témoin chute à environ 165 mg EAA/100 g, tandis que les biscuits enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % affichent des valeurs respectives proches de 195, 215 et 220 mg EAA/100 g. Cette diminution est généralement attribuée à la dégradation des composés antioxydants sensibles (notamment les flavonoïdes) par l'action de facteurs externes tels que l'oxygène, la lumière ou la température ambiante (Cherif et al., 2006; Nayak et al., 2015).

Cependant, les biscuits enrichis conservent une activité antioxydante nettement supérieure à celle du témoin après 45 jours, ce qui met en évidence l'effet bénéfique de la poudre de prunelle en tant qu'ingrédient fonctionnel.

II.3.4. Pouvoir antioxydant (FRAP)

Le pouvoir réducteur du fer offre une méthode simple et rapide pour évaluer la capacité antioxydante d'échantillons divers. Cette approche repose sur une réaction colorimétrique d'oxydoréduction, dans laquelle les ions ferriques (Fe^{3+}) sont transformés en ions ferreux (Fe^{2+}) (Kagnou et al., 2020).

Les quatre échantillons de biscuits ont été analysés pour évaluer leur Pouvoir réducteur de fer. Les résultats de ces tests sont présentés dans la figure 12

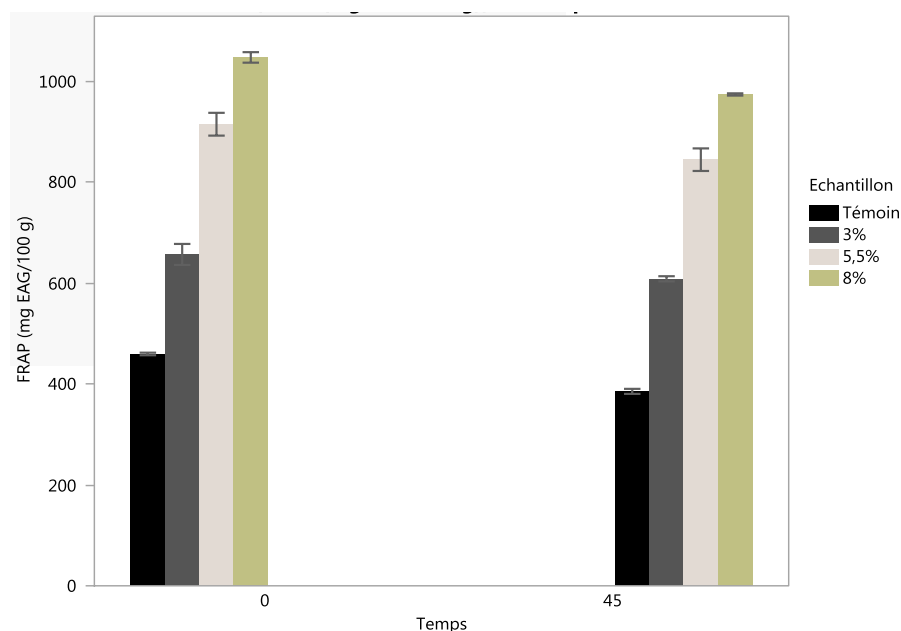


Figure 12. Pouvoir antioxydant (FRAP) de quatre lots de biscuits au cours du stockage.

La figure ci-dessus présente l'évolution de l'activité antioxydante des biscuits, évaluée par la méthode FRAP et exprimée en mg équivalent acide ascorbique pour 100 g (mg EAA/100 g de biscuit), immédiatement après fabrication (jour 0) et après 45 jours de stockage. Une diminution significative ($p < 0,01$) de l'activité antioxydante est observée dans tous les échantillons au cours du stockage.

Au jour 0, les résultats montrent une augmentation notable de l'activité antioxydante avec l'augmentation du taux d'incorporation de poudre de prunelle. Le biscuit témoin (non enrichi) présente une activité d'environ 450 mg EAA/100 g, tandis que les échantillons enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % affichent respectivement des valeurs proches de 650, 900 et 1050 mg EAA/100 g. Cette tendance confirme la richesse en composés antioxydants de la poudre de prunelle (*Prunus spinosa* L.), notamment les polyphénols, flavonoïdes et anthocyanes, reconnus pour leur pouvoir réducteur élevé selon plusieurs études (Celik et al., 2017; María Ruiz-Rodríguez et al., 2014).

Après 45 jours de stockage, une diminution significative de l'activité antioxydante est observée dans l'ensemble des échantillons. Le témoin chute à environ 400 mg EAA/100 g, tandis que les échantillons enrichis à 3 %, 5,5 % et 8 % conservent des valeurs élevées, respectivement autour de 600, 860 et 980 mg EAA/100 g. Cette perte d'activité antioxydante est attribuée à la dégradation progressive des composés bioactifs sous l'effet de l'oxydation, de la lumière et de la température ambiante, comme l'ont rapporté plusieurs auteurs (Chanforan, 2010; Pasukamonset et al., 2018; Youkabed et al., 2022).

Cependant, après 45 jours de stockage, les biscuits enrichis conservent une capacité antioxydante significativement plus élevée que celle du témoin. Cela démontre la stabilité des composés antioxydants dérivés de la poudre de prunelle et souligne leur potentiel en tant qu'ingrédients fonctionnels pour l'enrichissement des produits de boulangerie.

II.4. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle hédonique réalisée sur 120 consommateurs naïfs a permis d'évaluer les préférences des consommateurs vis-à-vis de quatre échantillons de biscuits enrichis avec de la poudre de prunelle, selon six critères : couleur, gout, apparence, arôme, texture et acceptabilité globale. Les résultats présentés sous forme de diagrammes circulaires révèlent des tendances sensorielles différenciées.

➤ Couleur

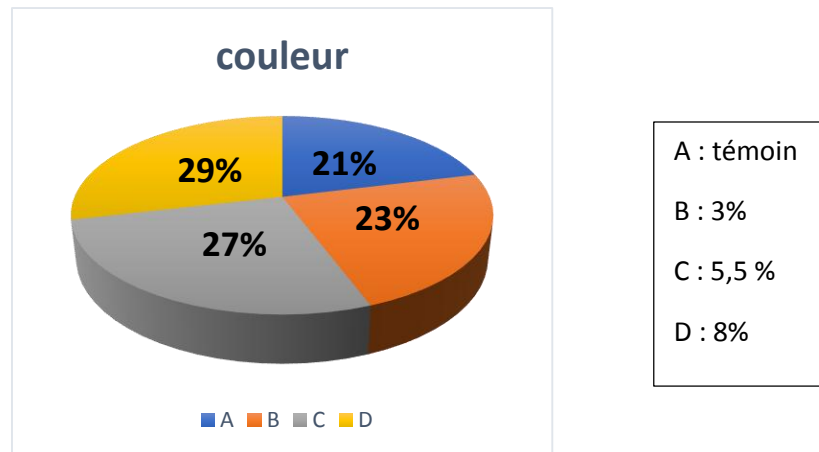


Figure 13. Répartition des préférences selon la couleur des biscuits

Le critère de la couleur montre une préférence marquée pour l'échantillon D (29 %), suivi de près par l'échantillon C (27 %), tandis que l'échantillon A (21 %) est le moins apprécié. La couleur des biscuits est un facteur crucial de perception de qualité et peut influencer significativement l'acceptabilité globale (Pathare et al., 2013). L'incorporation de la poudre de prunelle, riche en pigments naturels tels que les anthocyanes, pourrait avoir contribué à des nuances visuellement plus attractives, en particulier dans l'échantillon D.

➤ Goût

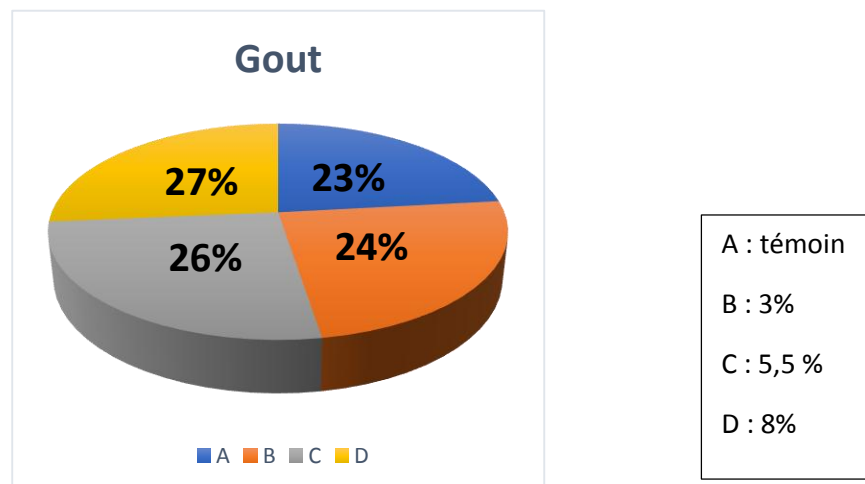


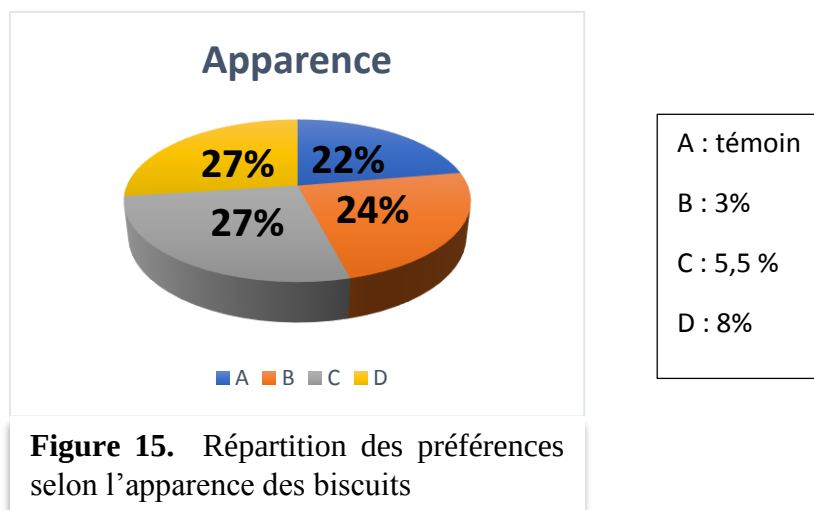
Figure 14. Répartition des préférences selon le goût des biscuits

Les résultats obtenus pour le goût révèlent une préférence pour l'échantillon D (27 %), suivi de l'échantillon C (26 %), tandis que A (23 %) demeure le moins apprécié. Le goût est

l'un des critères les plus influents dans l'évaluation sensorielle globale, représentant une intégration de sensations complexes influencées par la matrice du produit et les composés ajoutés. Dans ce cas, la poudre de prunelle, riche en composés phénoliques tels que les tanins, a probablement contribué à une saveur caractéristique, légèrement acidulée et astringente.

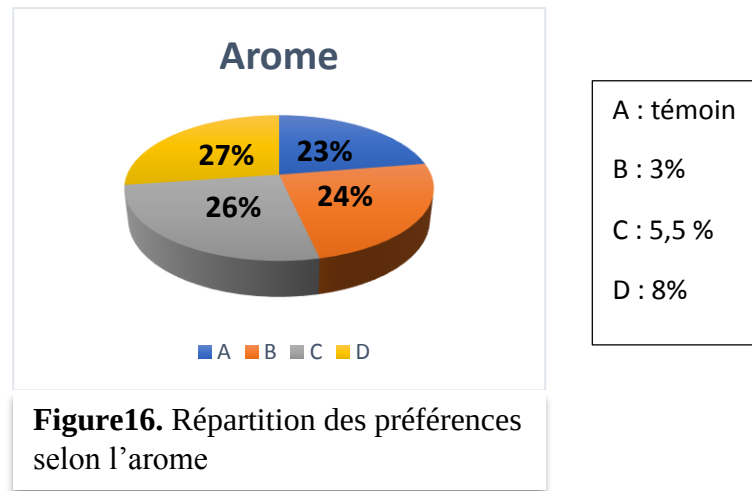
Lorsque ces composés sont dosés adéquatement, ils peuvent apporter une complexité aromatique et une valeur perçue plus élevée (Gündüz et al., 2021). En revanche, une concentration excessive peut entraîner un rejet sensoriel à cause d'une amertume ou astringence marquée (Rocha-Parra et al., 2016). L'équilibre atteint dans les échantillons C et D semble avoir été perçu favorablement par les panélistes, ce qui confirme la nécessité de maîtriser les niveaux d'enrichissement dans les formulations fonctionnelles.

➤ Apparence



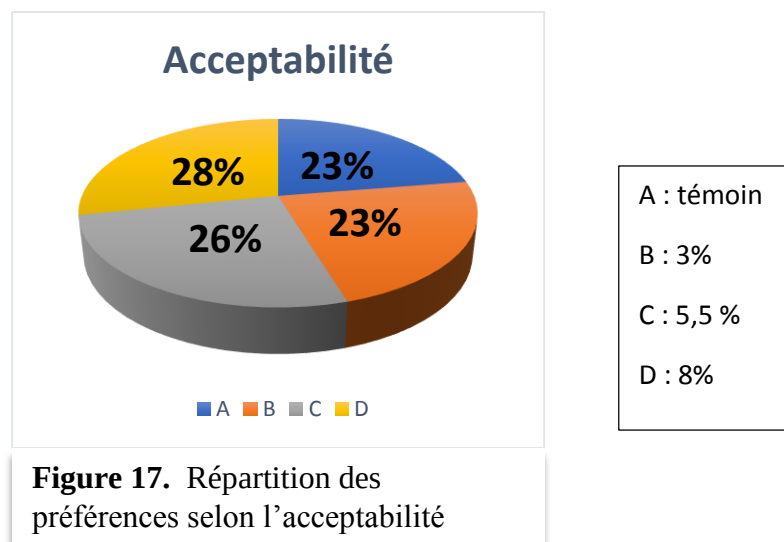
Concernant l'apparence, les échantillons C et D recueillent les taux de satisfaction les plus élevés (27 % chacun), tandis que l'échantillon A demeure en retrait (22 %). L'aspect visuel global d'un produit alimentaire, notamment la régularité, la texture de surface ou encore la densité perçue, influence fortement les choix des consommateurs (Deliza et al., 2003). Il est probable que les formulations D et C aient offert une texture plus homogène ou appétissante, peut-être en raison d'un meilleur équilibre entre les ingrédients traditionnels et la poudre de prunelle.

➤ **Arôme**



L'analyse de l'arôme indique une appréciation plus équilibrée, avec une légère préférence pour l'échantillon D (27 %), suivi de C (26 %), tandis que A reste le moins apprécié (23 %). Les composés volatils issus de la prune peuvent interagir avec la matrice du biscuit pour produire des arômes fruités ou boisés, susceptibles d'être perçus positivement (Koppel et al., 2014). Cependant, une dose excessive pourrait entraîner des notes amères ou terreuses moins attractives.

➤ **Acceptabilité globale**



En ce qui concerne l'acceptabilité globale, les échantillons D (28 %) et C (26 %) sont une nouvelle fois préférés, ce qui corrobore les observations faites pour les autres critères. Ces résultats suggèrent que l'enrichissement des biscuits avec un certain taux de poudre de

prunelle, probablement optimal dans D et C, peut améliorer l'attrait sensoriel général du produit. La littérature souligne que l'ajout d'ingrédients fonctionnels doit trouver un équilibre entre bénéfices nutritionnels et satisfaction sensorielle (Tuorila et al., 2009).

➤ Texture

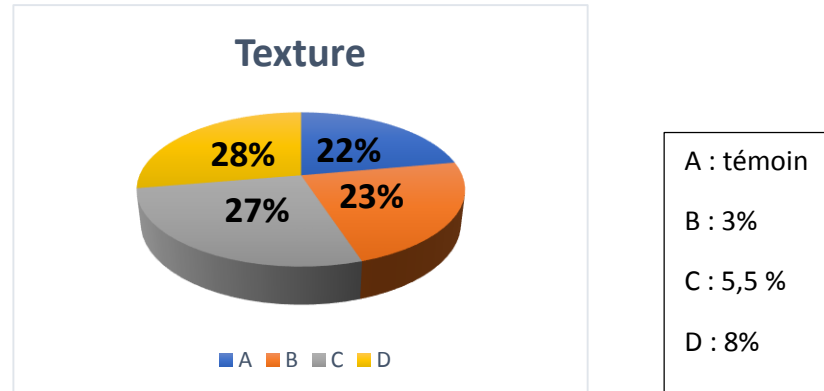


Figure 18. Répartition des préférences selon la texture

Les résultats relatifs à la texture montrent une préférence marquée pour l'échantillon D (28 %), suivi de C (27 %), tandis que les échantillons B (23 %) et surtout A (22 %) sont les moins appréciés. La texture est un critère sensoriel fondamental, car elle influence à la fois la mâche, la friabilité et l'agrément en bouche du biscuit. Dans le cadre d'une incorporation de poudre végétale comme la prunelle, plusieurs facteurs peuvent affecter la texture, notamment la teneur en fibres, l'hydratation de la pâte et la structure cellulaire après cuisson.

Selon (Gómez et al., 2012), l'ajout de fibres issues de fruits peut modifier la structure des produits de boulangerie, améliorant parfois la densité et la cohésion, mais risquant aussi d'augmenter la dureté ou de réduire la porosité si mal dosée. Les résultats obtenus suggèrent que les formulations C et D ont permis une structure texturale équilibrée, ni trop sèche, ni trop friable. À l'inverse, l'échantillon A pourrait avoir souffert d'un manque d'hydratation ou d'une mauvaise répartition des particules, ce qui a nui à sa perception sensoriel

Conclusion et perspectives

Ce travail a permis de valoriser les propriétés nutritionnelles et fonctionnelles de la poudre de prunelle (*Prunus spinosa* L.) en tant qu'ingrédient innovant dans la formulation de biscuits enrichis. Les résultats ont montré que l'incorporation croissante de poudre de prunelle influence de manière significative les propriétés physico-chimiques, phytochimiques et sensorielles des biscuits. En particulier, le taux de 8 % d'enrichissement s'est distingué par une meilleure stabilité des antioxydants, une réduction de la perte à la cuisson et une acceptabilité sensorielle accrue.

Sur le plan nutritionnel, les biscuits enrichis ont présenté des teneurs élevées en composés bioactifs, notamment en polyphénols et flavonoïdes, confirmant les données de la littérature sur la richesse phytochimique du *Prunus spinosa* L. (Backes, 2020; Velickovic, 2020). Ces composés sont reconnus pour leur rôle protecteur contre les pathologies chroniques telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer et les troubles neurodégénératifs (Li, 2017; Nieto, 2022).

Les résultats obtenus suggèrent donc un double intérêt de la poudre de prunelle : d'une part en tant qu'agent antioxydant naturel permettant de prolonger la durée de conservation des produits de boulangerie, et d'autre part comme vecteur de nutrition fonctionnelle. Ce type d'innovation s'inscrit dans une démarche de développement durable, de valorisation des ressources locales et de réponse aux nouvelles attentes des consommateurs en matière d'alimentation santé.

Toutefois, il conviendrait, dans de futures recherches, d'approfondir l'étude des interactions entre les composés bioactifs et la matrice alimentaire ainsi que d'évaluer la biodisponibilité des antioxydants après digestion simulée. Il serait également intéressant d'optimiser les formulations industrielles, et d'étudier l'impact microbiologique des biscuits enrichis à la poudre de prunelle.

Références bibliographiques

A

- Agu, H. O., & Okoli, N. A. (2014). Physico-chemical, sensory, and microbiological assessments of wheat-based biscuit improved with beniseed and unripe plantain. *Food Sci Nutr*, 2(5), 464-469. <https://doi.org/10.1002/fsn3.135>
- Ahmad, S., & Ahmed, M. (2014). A Review on Biscuit, A Largest Consumed Processed Product in India, Its Fortification and Nutritional Improvement. *International Journal of Science and Information Technology (IJSIT)*, 3(2), 169–186. <http://www.ijst.com>
- Ali-Rachedi, F., Meraghni, S., Touaibia, N., & M., S. (2018). Analyse quantitative des composés phénoliques d'une endémique algérienne *Scabiosa Atropurpurea* sub. *Maritima* L. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 87, 13-21.
- Aljumaah, M. R. (2021). Utilization of plum (*Prunus domestica* L.) by-products as a source of phenolic compounds and fiber in biscuits. *Journal of Food Science and Technology*, 58(3), 1197–1205. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04633-w>
- Andronie, L., Holonec, L., Pop, I., Truta, A. M., Odagiu, A., SĂLĂGean, T., Sobolu, R., Coroian, A., Balta, I., & ȘUba, E. E. (2019). Antioxidant Capacity of Several Romanian Forest Fruits (*Rosa canina* L., *Prunus spinosa* L., *Vaccium vitis-idaea* L. and *Cornus mas* L.). *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 47(4), 1178-1184. <https://doi.org/10.15835/nbha47411709>
- Anthocyanidoles (image)*. (2020). Groupe Kuzco. <https://groupe-kuzco.fr/wp-content/uploads/2020/11/anthocyanidoles.jpg>
- Arepally, D., Reddy, R. S., Goswami, T. K., & Datta, A. K. (2020). Biscuit baking: A review. *Lwt*, 131. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109726>
- Armel Fabrice, Z., Abdoulaye, T., Bilé Aka Patrice, M., Kouadio Amoulaye, S., Yadé René, S., & Adama, C. (2021). Valorization in nectars of pulps from two mangoes varieties (Amelie and Kent) upgraded by exporting companies in Northern Côte d'Ivoire. *Journal of Food Science and Nutrition Research*, 04(02). <https://doi.org/10.26502/jfsnr.2642-11000063>

B

- Backes, E. (2020). Phenolic compounds and antioxidant activity in fruits of *Prunus spinosa* L. *Food Chemistry*.

- Backes, E., Ferreira, C. D., & Soares, L. D. (2020). Bioactive compounds in blackthorn fruit: Chemistry and health benefits. *Food Chemistry*, 310, 125905.
- Backes, E., Leichtweis, M. G., Pereira, C., Carochio, M., Barreira, J. C. M., Kamal Genena, A., Jose Baraldi, I., Filomena Barreiro, M., Barros, L., & I, C. F. R. F. (2020). Ficus carica L. and Prunus spinosa L. extracts as new anthocyanin-based food colorants: A thorough study in confectionery products. *Food Chem*, 333, 127457. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127457>
- Bei, M. F., Apahidean, A. I., Budău, R., Rosan, C. A., Popovici, R., Memete, A. R., Domocoș, D., & Vicas, S. I. (2023). An Overview of the Phytochemical Composition of Different Organs of Prunus spinosa L., Their Health Benefits and Application in Food Industry. *Horticulturae*, 10(1). <https://doi.org/10.3390/horticulturae10010029>
- Benyagoub, E., Boulououar, N., & Cheriti, A. (2011). Palmier dattier et ethnonutrition au sud ouest Algérien : Analyse d'extrait de datte «Robb». *PhytoChem & BioSub Journal*, 5(1), 30-37.
- Beye, C., Tounkara, L. S., Seck, M. A., Thonart, P., & Fickers, P. (2015). Opportunités pour la valorisation des végétaux riches en anthocyanes comme sources de colorants alimentaires (synthèse bibliographique). *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 19(4), 392-401. <https://popups.uliege.be/1780-4507/index.php?id=11882>
- Bohui, P. S. G., Adima, A. A., Niamké, F. B., & N'Guessan, J. D. (2018). Étude comparative de trois méthodes d'extraction des flavonoïdes totaux à partir des feuilles de plantes médicinales : Azadirachta indica et Psidium guajava. *Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie*, 46, 50-58. <http://www.soachim.org>
- Boizot, N., & Charpentier, J.-P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. In *Le Cahier des Techniques de l'INRA – Le milieu vivant* (pp. 79-81). INRA. <https://www6.inrae.fr>

C

- Celik, F., Gundogdu, M., Alp, S., Muradoglu, F., Ercişli, S., Gecer, M. K., & Canan, I. (2017). Determination of phenolic compounds, antioxidant capacity and organic acids contents of Prunus domestica L., Prunus cerasifera Ehrh. and Prunus spinosa L. fruits by HPLC. *Acta Chromatographica*, 29(4), 507-510. <https://doi.org/10.1556/1326.2017.00327>

- Celik, S., Demir, H., & Temiz, H. (2017). Chemical constituents and biological properties of *Prunus spinosa* L.: A review. *Pharmacognosy Reviews*, 11, 16–20.
- Chanforan, C. (2010). *Stabilité de microconstituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation: études en systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate* Université d'Avignon].
- Cheikhi, L., Bouallala, M. h., & Iddou, A. (2019). Caractéristiques physico-chimiques et biochimiques de quelques variétés de dattes consommées dans la région d'Aoulef (Adrar). *African Review of Science, Technology and Development*, 4(1), 30-38. <https://www.researchgate.net/publication/352762210>
- Cherif, J. K., M'Rabet, I., El Habiri, M., Abidi, R., & Albrecht-Gary, A.-M. (2006). Mesure de l'activité antiradicalaire du jus et des peaux d'oranges tunisiennes par le radical DPPH. *Fruits*, 61(2), 99-107. <https://doi.org/10.1051/fruits:2006008>
- Chira, K., Suh, J. H., Saucier, C., & Teissède, P. L. (2008). Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6(2), 75-82. <https://doi.org/10.1007/s10298-008-0293-3>

D

- Davidson, I. (2024). *Biscuit, cookie, and cracker production: Process, production and packaging equipment*. Academic Press.
- Dedić, A., Džudžević-Čančar, H., Alispahić, A., Tahirović, I., & Muratović, E. (2021). In-Vitro antioxidant and antimicrobial activity of aerial parts of *Prunus Spinosa* L. growing wild in Bosnia and Herzegovina. *Int. J. Pharm. Sci. Res*, 12, 3643-3653.
- Deliza, R., Rosenthal, A., & Silva, A. L. S. (2003). Consumer attitude towards information on non conventional technology. *Trends in Food Science & Technology*, 14(1-2), 43-49. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(02\)00267-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0924-2244(02)00267-7)
- 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. <https://doi.org/10.1007/s10298-015-0976-5>
- Do, D. T., Harbourne, N., & Ellis, A. (2023). Anthocyanins: Anthocyanidins, Berries, Colorants, Copigmentation. In *Handbook of Food Bioactive Ingredients* (pp. 1-24). https://doi.org/10.1007/978-3-030-81404-5_9-1

- Doukani, K., Tabak, S., Derriche, A., & Hacini, Z. (2014). Étude physico-chimique et phyto-chimique de quelques types de miels Algériens. *Revue Ecologie-Environnement*, 10, 37-49.
- Draghici-Popa, A., Dulf, F. V., & Vodnar, D. C. (2023). Nutritional and phytochemical profiling of blackthorn (*Prunus spinosa* L.) and its potential applications. *Antioxidants*, 12(1), 1–21.
- Draghici-Popa, A. M., Boscornea, A. C., Brezoiu, A. M., Tomas, S. T., Parvulescu, O. C., & Stan, R. (2023). Effects of Extraction Process Factors on the Composition and Antioxidant Activity of Blackthorn (*Prunus spinosa* L.) Fruit Extracts. *Antioxidants (Basel)*, 12(10). <https://doi.org/10.3390/antiox12101897>
- Dragović-Uzelac, V., Bursać Kovačević, D., Levaj, B., Pedisić, S., Mezak, M., & Tomljenović, A. (2009). Polyphenols and antioxidant capacity in fruits and vegetables common in the Croatian diet. *Agriculturae Conspectus Scientificus*, 74(3), 175-179.

F

- Fang, J. (2020). Nutritional composition of saskatoonberries - A review. *Botany*, --(--), --. -
- Food, & Administration, D. (2012). Bad bug book: handbook of foodborne pathogenic microorganisms and natural toxins. *Center for Food Safety and Applied Nutrition*.
- Fraternali, D., Giamperi, L., Bucchini, A., Sestili, P., Paolillo, M., & Ricci, D. (2009). *Prunus spinosa* Fresh Fruit Juice: Antioxidant Activity in Cell-free and Cellular Systems. *Natural Product Communications*, 4(12), 1665-1670. <https://journals.sagepub.com/home/npx>

G

- 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. <https://doi.org/10.1007/s10298-015-0944-4>
- Gomez-Mejia, E., Vicente-Zurdo, D., Rosales-Conrado, N., & Leon-Gonzalez, M. E. (2025). Unlocking the in vitro neuroprotection of sloe residues phenolic extracts by bioanalytical and chemometric strategies. *Food Chem*, 463(Pt 2), 141208. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141208>

- Gómez-Ordóñez, E., Jiménez-Escrig, A., & Rupérez, P. (2014). Bioactivity of sulfated polysaccharides from the edible red seaweed *Mastocarpus stellatus*. *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*, 3(1), 29-40. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2014.01.002>
- Gómez, M., Ronda, F., Blanco, C. A., Caballero, P. A., & Apesteguía, A. (2012). Effect of dietary fibre on dough rheology and bread quality. *European Food Research and Technology*, 234(3), 439–445. <https://doi.org/10.1007/s00217-011-1655-4>
- Górnas, P. (2019). Composition of bioactive compounds in fruit pomaces and their stability during storage. *LWT - Food Science and Technology*, 111, 108267. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108267>
- Gündüz, G. T., & Özkan, G. (2021). Phytochemical composition, antioxidant capacity and sensory properties of functional cookies enriched with blackthorn (*Prunus spinosa* L.) fruit powder. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 15, 2784–2793. <https://doi.org/10.1007/s11694-021-00852-7>

H

- Hassan, R. A., Hassan, S. M. A., & El-Shehawy, S. M. M. (2010). Fatty Acids Composition of Fats Used in Some Egyptian Biscuits. *Journal of Food and Dairy Sciences*, 1(3), 113–121.
- He, J., & Giusti, M. M. (2010). Anthocyanins: natural colorants with health-promoting properties. *Annu Rev Food Sci Technol*, 1, 163-187. <https://doi.org/10.1146/annurev.food.080708.100754>
- Hu, X., Hu, L., Zheng, J., Rong, J., & Ma, W. (2022). Classification, Processing Procedures, and Market Demand of Chinese Biscuits and the Breeding of Special Wheat for Biscuit Making. *Journal of Food Quality*, 2022, 1-12. <https://doi.org/10.1155/2022/6679776>

K

- Kagnou, H., Simalou, O., Tchani, G. W., Sanvee, S., Agbodan, K. A., Toundou, O., & Kpegba, K. (2020). Etude phytochimique et activité antioxydante comparatives des trois variétés de *Catharanthus roseus* (L.) G. Don. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 14(6), 2352-2361. <https://doi.org/10.4314/ijbcs.v14i6.33>

- Kārklīņa, D., Gedrovica, I., Reca, M., & Kronberga, M. (2012). Production of Biscuits With Higher Nutritional Value. *Proceedings of the Latvian Academy of Sciences. Section B. Natural, Exact, and Applied Sciences*, 66(3), 113-116. <https://doi.org/10.2478/v10046-012-0005-0>
- Kasote, D. M., Duncan, G. J., Neacsu, M., & Russell, W. R. (2019). Rapid method for quantification of anthocyanidins and anthocyanins in human biological samples. *Food Chem*, 290, 56-63. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.109>
- Khadhri, A., El Mokni, R., & Smiti, S. (2013). Composés phénoliques et activités antioxydantes de deux extraits de chardon à glu : *Atractylis gummifera*. *Revue de la Société des Sciences Naturelles de Tunisie*, 39, 44-52.
- Khouchlaa, A., Talbaoui, A., El Idrissi, A. E. Y., Bouyahya, A., Lahsen, S. A., Kahouadji, A., & Tijane, M. (2018). Détermination des composés phénoliques et évaluation de l'activité litholytique in vitro sur la lithiase urinaire d'extrait de *Zizyphus lotus* L. d'origine marocaine. *Phytothérapie*, 16(1), 14-19. <https://doi.org/10.1007/s10298-017-1106-3>
- Koppel, K., Chambers, E., & Adhikari, K. (2014). Identification of sensory attributes and consumer acceptance of nutritionally enhanced biscuits. *Journal of Food Science*, 79(4), S255-S263. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12367>
- Kotsou, K., Stoikou, M., Athanasiadis, V., Chatzimitakos, T., Mantiniotou, M., Sfougaris, A. I., & Lalas, S. I. (2023). Enhancing Antioxidant Properties of *Prunus spinosa* Fruit Extracts via Extraction Optimization. *Horticulturae*, 9(8). <https://doi.org/10.3390/horticulturae9080942>

L

- Li, D. (2017). Anthocyanins and human health: Biomolecular and clinical aspects. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*.
- Linnaeus, C. (1753). *Prunus spinosa* L. *Plants of the World Online*, N/A (Accessed 08 July 2025), N/A. <https://powo.science.kew.org/taxon/urn:lsid:ipni.org:names:730297-1>

M

- Maache-Rezzoug, Z., Bouvier, J.-M., Allaf, K., & Patras, C. (1998). Effect of Principal Ingredients on Rheological Behaviour of Biscuit Dough and on Quality of Biscuits. *Journal of Food Engineering*, 35(1), 23-42. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(98\)00017-X](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(98)00017-X)

Références bibliographiques

- Mamat, H., Abu Hardan, M. O., & Hill, S. E. (2010). Physicochemical properties of commercial semi-sweet biscuit. *Food Chemistry*, 121(4), 1029-1038. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.043>
- Mamun, A. A., Yudhastuti, R., & Mahmudiono, T. (2024). Utilization of biscuits as nutritional intervention to reduce stunting among children: A systematic review. *Afr J Reprod Health*, 28(10s), 376-385. <https://doi.org/10.29063/ajrh2024/v28i10s.40>
- Manley, D. (2011). Classification of biscuits. In *Manley's Technology of Biscuits, Crackers and Cookies* (pp. 271-278). <https://doi.org/10.1533/9780857093646.3.271>
- Marakog˘lu, T., Arslan, D., Özcan, M., & Haciseferog˘ulları, H. (2005). Proximate composition and technological properties of fresh blackthorn (*Prunus spinosa* L. subsp *dasyphylla* (Schur.)) fruits. *Journal of Food Engineering*, 68(2), 137-142. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.05.024>
- María Ruiz-Rodríguez, B., de Ancos, B., Sánchez-Moreno, C., Fernández-Ruiz, V., de Cortes Sánchez-Mata, M., Cámara, M., & Tardío, J. (2014). Wild blackthorn (*Prunus spinosa*L.) and hawthorn (*Crataegus monogyna*Jacq.) fruits as valuable sources of antioxidants. *Fruits*, 69(1), 61-73. <https://doi.org/10.1051/fruits/2013102>
- Masmoudi, M., Besbes, S., & Attia, H. (2021). Polyphenols and their functional role in bakery products. *Journal of Food Science and Technology*, 1–10.
- Masmoudi, M., Yaich, H., Borchani, M., Mbarki, R., & Attia, H. (2021). Chemical, physical and sensory characteristics of biscuits enriched with jujube (*Zizyphus lotus* L.) flour and fiber concentrate. *J Food Sci Technol*, 58(4), 1411-1419. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04652-7>
- Misra, N. N., & Tiwari, B. K. (2014). Biscuits. In W. Zhou, Y. H. Hui, I. De Leyn, M. A. Pagani, C. M. Rosell, J. D. Selman, & N. Therdthai (Eds.), *Bakery Products Science and Technology* (pp. 585–601). John Wiley & Sons, Ltd. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/9781118792001>
- Morrison, T. A., Pressey, R., & Kays, S. J. (1993). Changes in α -and β -amylase during Storage of Sweetpotato Lines with Varying Starch Hydrolysis Potential. *Journal of the American Society for Horticultural Science*, 118(2), 236-242.
- Murungweni, K. T., Ramashia, S. E., & Mashau, M. E. (2025). Nutritional composition, antioxidant, and sensory characteristics of gluten-free biscuits produced from malted finger millet (*Eleusine coracana*) flours. *Discover Food*, 5(1). <https://doi.org/10.1007/s44187-025-00408-4>

N

- Nayak, B., Liu, R. H., & Tang, J. (2015). Effect of processing on phenolic antioxidants of fruits, vegetables, and grains--a review. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 55(7), 887-919. <https://doi.org/10.1080/10408398.2011.654142>
- Ndung'i, A. A., Matiala Mayele, F., & Otom, M. (2024). Étude de l'activité antioxydante des pigments polyphénoliques naturels : cas des anthocyanes des feuilles pourpres d'Hibiscus acetosella Whern Ex Hiern. *Revue Internationale de la Recherche Scientifique*, 2(4), 1799–1812. <https://doi.org/10.5281/zenodo.13151739>
- Nielsen, S. S. (2010). Food analysis.
- Nieto, J. A. (2022). Polyphenols and flavonoids in disease prevention: Evidence and mechanisms. *Journal of Functional Foods*.
- Novidzro, K. M., Melila, M., Houndji, B. V. S., Koudouvo, K., Dotse, K., & Koumaglo, K. H. (2019). Étude de quelques caractéristiques physico-chimiques de « Tchoukoutou », un type de bières locales produit au Togo et évaluation de la performance de quatre méthodes de détermination du degré alcoolique. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 12(6). <https://doi.org/10.4314/ijbcs.v12i6.31>

O

- Oyaizu, M. (1986). Studies on products of the browning reaction. Antioxidative activities of browning reaction products prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*, 44, 307-315.
- Ozzengin, B., Zannou, O., & Koca, I. (2023). Quality attributes and antioxidant activity of three wild plums from *Prunus spinosa* and *Prunus domestica* species. *Measurement: Food*, 10. <https://doi.org/10.1016/j.meafuo.2023.100079>

P

- Pareyt, B., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2010). *The role of wheat flour constituents, sugar and fat in sugar-snap type cookie making: A basis for caloric reduction* Conference Paper, <https://www.researchgate.net/publication/253342041>
- Pasukamonset, P., Pumalee, T., Sanguansuk, N., Chumyen, C., Wongvasu, P., Adisakwattana, S., & Ngamukote, S. (2018). Physicochemical, antioxidant and sensory characteristics of sponge cakes fortified with *Clitoria ternatea* extract. *J Food Sci Technol*, 55(8), 2881-2889. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3204-0>

- Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A.-J. (2013). Colour measurement and analysis in fresh and processed foods: A review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(1), 36-60. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>
- Pinacho, R., Caverio, R. Y., Astiasarán, I., Ansorena, D., & Calvo, M. I. (2015). Phenolic compounds of blackthorn (*Prunus spinosa* L.) and influence of in vitro digestion on their antioxidant capacity. *Journal of Functional Foods*, 19, 49-62. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.09.015>
- Popescu, I., & Caudullo, G. (2016). *Prunus spinosa* in Europe: distribution, habitat, usage and threats. In J. San-Miguel-Ayanz, D. de Rigo, G. Caudullo, T. Houston Durrant, & A. Mauri (Eds.), *European Atlas of Forest Tree Species* (pp. e018f014e). Publications Office of the European Union. <https://w3id.org/mtv/FISE-Comm/v01/e018f4e>
- Price, R. E., Longtin, M., Conley- Payton, S., Osborne, J. A., Johanningsmeier, S. D., Bitzer, D., & Breidt, F. (2020). Modeling buffer capacity and pH in acid and acidified foods. *Journal of Food Science*, 85(4), 918-925.
- Prunus spinosa* L. image. (2024). https://www.cwrnl.nl/upload_mm/7/2/4/a1f1373d-b523-40e8-a0e5-60e43697caaf_Prunus%20spinosa%20L._530x305.gif
- Purlis, E. (2010). Browning development in bakery products – A review. *Journal of Food Engineering*, 99(3), 239-249. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.03.008>



- Ramírez-Jiménez, A., Guerra-Hernández, E., & García-Villanova, B. (2003). Evolution of non-enzymatic browning during storage of infant rice cereal. *Food Chemistry*, 83(2), 219-225. [https://doi.org/10.1016/s0308-8146\(03\)00068-2](https://doi.org/10.1016/s0308-8146(03)00068-2)
- Riaz, M., Zia-Ul-Haq, M., & Saad, B. (2016). *Anthocyanins and Human Health: Biomolecular and Therapeutic Aspects*. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-26456-1>
- Rocha-Parra, D. F., Lanari, M. C., Zamora, M. C., & Chirife, J. (2016). Influence of ingredients on the sensory perception of functional snack bars. *Journal of Sensory Studies*, 31(5), 409–420. <https://doi.org/https://doi.org/10.1111/joss.12225>
- Rodriguez-Amaya, D. B. (2018). Natural Food Pigments and Colorants. In J.-M. Mérillon & K. G. Ramawat (Eds.), *Bioactive Molecules in Food* (pp. 1-22). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-319-54528-8_12-1

Rodriguez-Amaya, D. B. (2019). Natural food pigments and colorants. In *Bioactive molecules in food* (pp. 867-901). Springer.

Sadowska-Bartosz, I., & Bartosz, G. (2024). Antioxidant Activity of Anthocyanins and Anthocyanidins: A Critical Review. *Int J Mol Sci*, 25(22). <https://doi.org/10.3390/ijms252212001>

S

Salehi, F. (2019). Recent advances on application of fruit and vegetable powders in bakery products: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 86, 89–99.

Salehi, F. (2019). Recent applications of powdered fruits and vegetables as novel ingredients in biscuits: a review. *Nutrire*, 45(1). <https://doi.org/10.1186/s41110-019-0103-8>

Sava, C., Sirbu, R., & Dumitrescu, C. (2006). Analyse qualitative et quantitative des anthocyanes dans des produits naturels. *Scientific Study & Research*, VII(4), 785-793.

Shah, M. A., Sunooj, K. V., & Mir, S. A. (2023). *Cereal-based food products*. Springer.

Sik, B., Ajtony, Z., Lakatos, E., Gal, L. H., & Szekelyhidi, R. (2024). Evaluation of the physical, antioxidant, and organoleptic properties of biscuits fortified with edible flower powders. *Food Sci Nutr*, 12(5), 3265-3272. <https://doi.org/10.1002/fsn3.3993>

Sikora, E., Bieniek, M. I., & Borczak, B. (2013). Composition and antioxidant properties of fresh and frozen stored blackthorn fruits (*Prunus spinosa* L.). *Acta Scientiarum Polonorum, Technologia Alimentaria*, 12(4), 365-372. <http://www.food.actapol.net>

Smati, I., Bettaieb Rebey, I., Hammami, M., Hamdaoui, G., & Saïdai Tounsi, M. (2017). Variation of the quality of lemon (*Citrus limon* L.) juice during stage of fruit maturity. *Journal of New Sciences, Agriculture and Biotechnology*, 43(1), 2334-2343. <http://www.jnsciences.org>

Soufi, O., Medouni - Haroune, L., Bachirbey, M., Medouni - Adrar, S., Idir, F., Heddad, T., & Médrara, L. (2023). [Titre de l'article à compléter]. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, [numéro du volume], [numéro(s) de page ou article ID]. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2023.101260>

Sudha, M. L., Baskaran, V., & Leelavathi, K. (2007). Apple pomace as a source of dietary fiber and polyphenols and its effect on the rheological characteristics and cake making. *Food Chemistry*, 104(2), 686-692. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.12.016>

T

- Temiz, M. A., Okumus, E., Yaman, T., & Keles, O. F. (2021). Mixture of leaf and flower extract of *Prunus spinosa* L. alleviates hyperglycemia and oxidative stress in streptozotocin-induced diabetic rats. *South African Journal of Botany*, 141, 145-151. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2021.04.037>
- Tuorila, H., & Monteleone, E. (2009). Sensory food science in the changing society: Opportunities, needs, and challenges. *Trends in Food Science & Technology*, 20(2), 54-62. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.tifs.2008.10.007>
- Turkmen, I., & Eksi, A. (2011). Brix degree and sorbitol/xylitol level of authentic pomegranate (*Punica granatum*) juice. *Food Chem*, 127(3), 1404-1407. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.12.118>
- Tyl, C., & Sadler, G. D. (2017). pH and Titratable Acidity. In *Food Analysis* (pp. 389-406). https://doi.org/10.1007/978-3-319-45776-5_22
- van Swaaij, B. W. M., Slot, D. E., Van der Weijden, G. A., Timmerman, M. F., & Ruben, J. (2024). Fluoride, pH Value, and Titratable Acidity of Commercially Available Mouthwashes. *Int Dent J*, 74(2), 260-267. <https://doi.org/10.1016/j.identj.2023.09.002>
- v
- Velickovic, D., Mitić, S. S., & Kostic, D. A. (2020). Phytochemical characterization and antioxidant activity of *Prunus spinosa* L. fruits. *Industrial Crops and Products*, 145, 111956.
- Velickovic, D. T. (2020). *Prunus spinosa* L. as a functional food: Phytochemistry and biological activity. *Industrial Crops and Products*.
- Velickovic, I., Zizak, Z., Rajcevic, N., Ivanov, M., Sokovic, M., Marin, P., & Grujic, S. (2020). Examination of the polyphenol content and bioactivities of *Prunus spinosa* L. fruit extracts. *Archives of Biological Sciences*, 72(1), 105-115. <https://doi.org/10.2298/abs191217004v>
- Velickovic, J., Kostic, D., Stojanovic, G., Mitic, S., Mitic, M., Randjelovic, S., & Djordjevic, A. (2014). Phenolic composition, antioxidant and antimicrobial activity of the extracts from *Prunus spinosa* L. fruit. *Hemijaska industrija*, 68(3), 297-303. <https://doi.org/10.2298/hemind130312054v>
- Vodouhè-Egueh, S., Alidou, C., Aboudou, K., & Soumanou, M. M. (2017). Formulation de biscuits à base de farine de blé enrichie à la farine de patate douce à chair orange. *Afrique Science*, 13(6), 405–416. <http://www.afriquescience.info>

W

- Wallace, T. C., & Giusti, M. M. (2019). Anthocyanins-Nature's Bold, Beautiful, and Health-Promoting Colors. *Foods*, 8(11). <https://doi.org/10.3390/foods8110550>
- Wheldale, M. (1916). *The Anthocyanin Pigments of Plants*. Cambridge University Press. <https://books.google.com/books?id=dns7AAAAQAAJ&hl=fr>
- Wrolstad, R. E., & Culver, C. A. (2012). Alternatives to those artificial FD&C food colorants. *Annu Rev Food Sci Technol*, 3, 59-77. <https://doi.org/10.1146/annurev-food-022811-101118>

Y

- Youkabed, Z., Saida, N., Dorra, S., Aziza, Z., Eya, F., & Mohamed, K. (2022). Formulation de biscuits enrichis par la farine des graines de *Vicia narbonensis* L. *Annales de l'INRAT*,

Z

- Zucco, F., Borsuk, Y., & Arntfield, S. D. (2011). Physical and nutritional evaluation of wheat cookies supplemented with pulse flours of different particle sizes. *LWT - Food Science and Technology*, 44(10), 2070-2076. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.06.007>

Annexes

Annexe N°01 : matériels utilisés pour le biscuit



Figure 1. matériel utilisé pour la formulation du biscuit et la compote

Annexe N°02 : les différents biscuits préparés

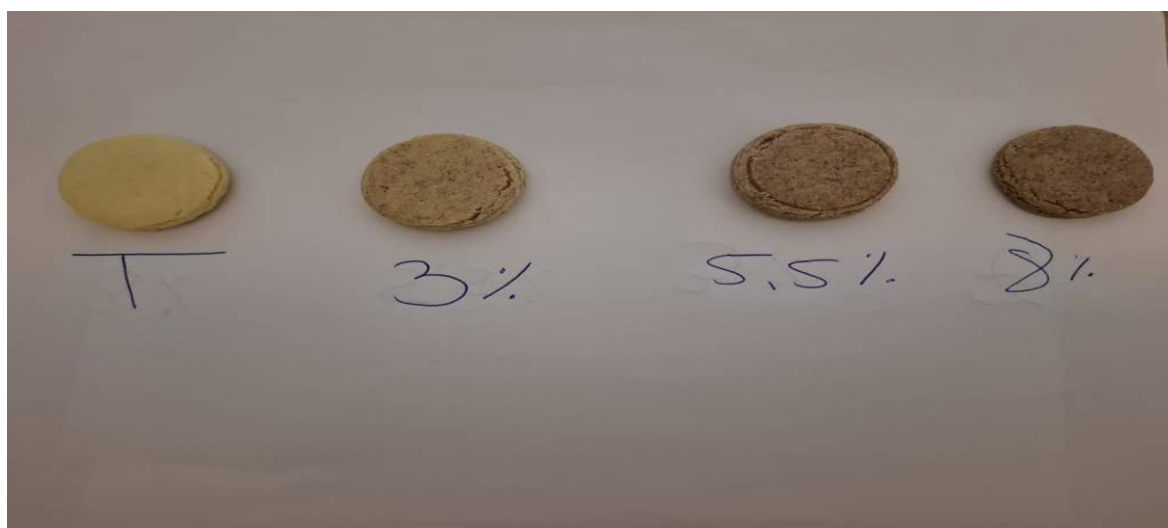


Figure 2. les différentes concentrations des biscuits enrichi en poudre de prune

Annexe N°03 : matériels utilisés pour les analyses



Appareil UV-visible (UV-1800)



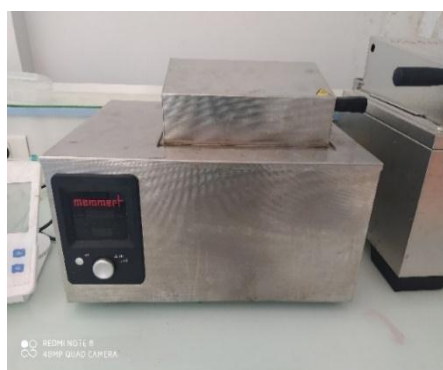
Balance de précision (AS220.R2)



plaque agitatrice et chauffante (KIKAWERKE ; RT 15 power)



Hotte chimique (LABO PRATIC)



Bain marie (memmert)



Bain ultrason (BRANSONIC)



Etuve de séchage (NUVE FN 400P)



pH mètre (HANNA instruments)

Figure 3. matériels utilisés pour les analyses

Annexe N°04 : Fiche de dégustation des biscuits.

QUESTIONNAIRE D'ÉVALUATION SENSORIELLE

Informations personnelles

- Âge : -----
- Sexe : ☐ Féminin ☐ Masculin
- Fréquence de consommation de biscuits : ☐ Rarement ☐ Occasionnellement ☐ Fréquemment

Instructions

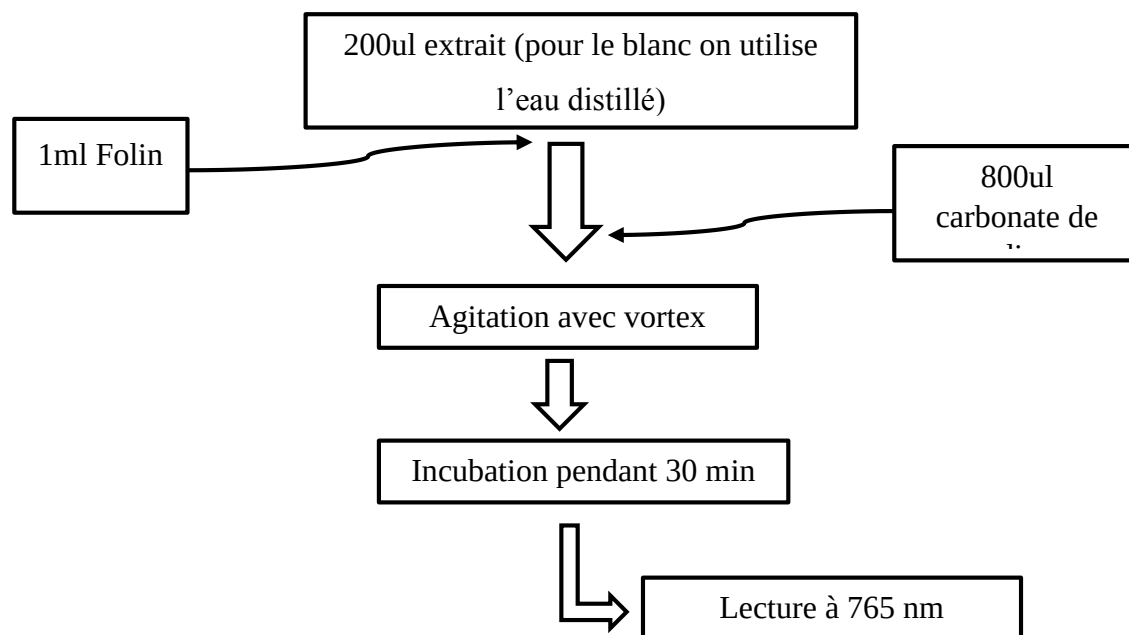
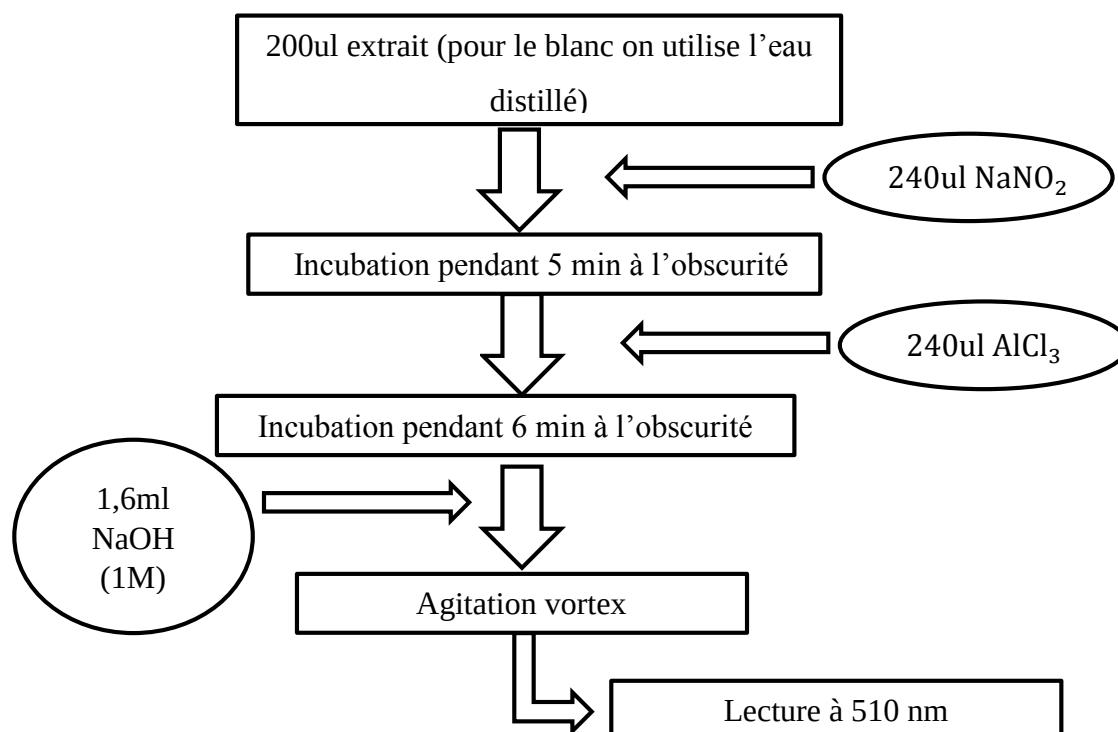
1. Vous recevrez quatre échantillons de biscuits fortifiés identifiés par des codes (A, B, C, D).
2. Veuillez déguster chaque échantillon dans l'ordre indiqué.
3. Pour chaque critère, attribuez une note selon l'échelle suivante :

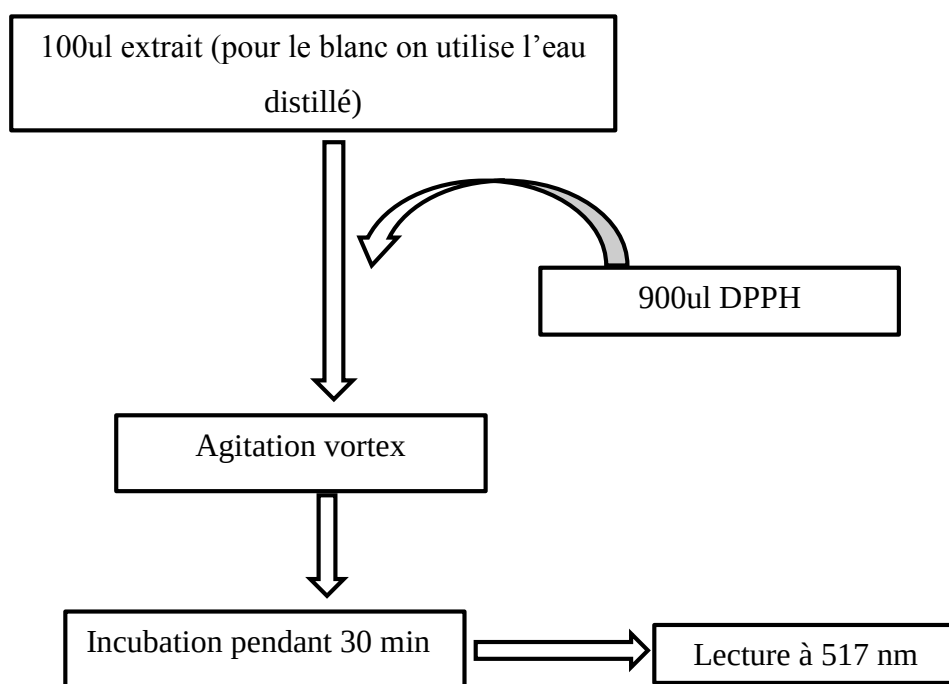
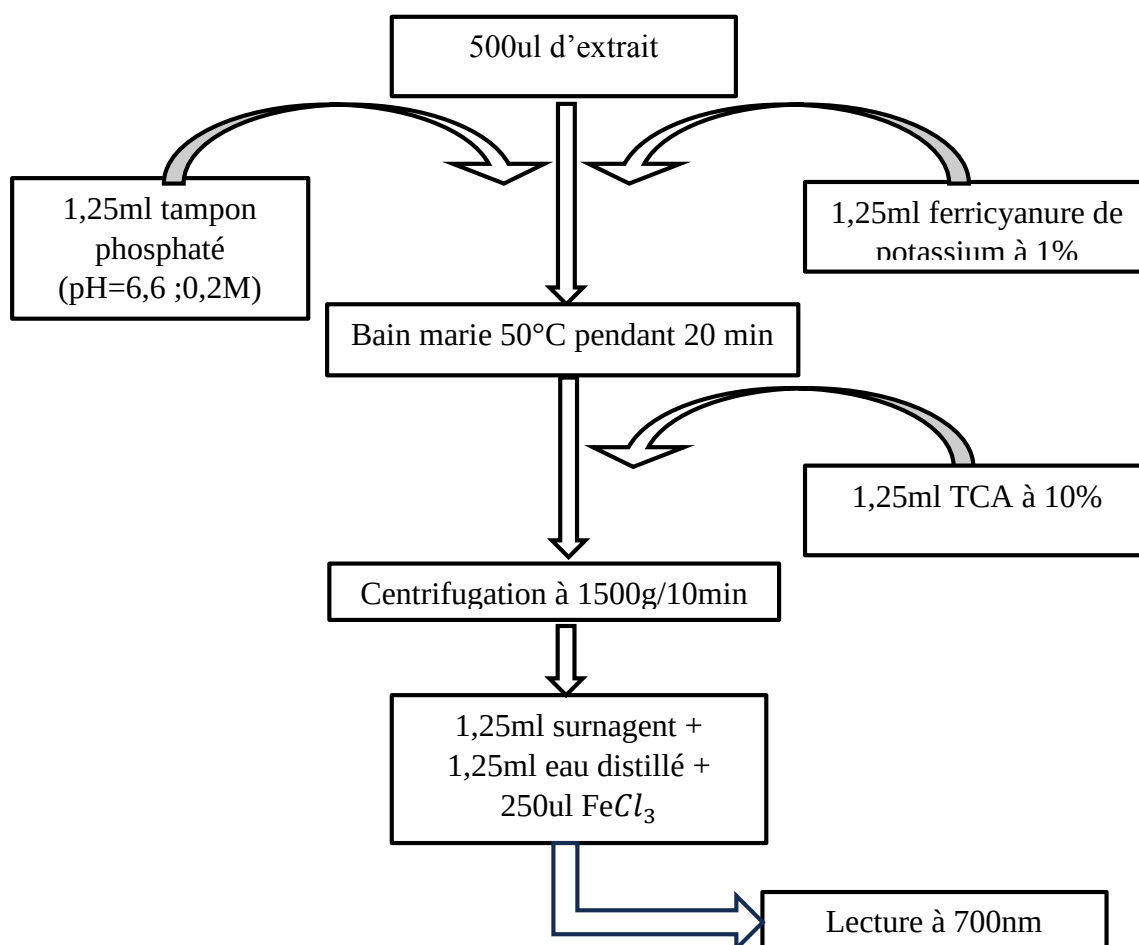
- 1 : Je n'aime pas du tout
- 2 : Je n'aime pas
- 3 : Je n'aime pas beaucoup
- 4 : Neutre
- 5 : J'aime un peu
- 6 : J'aime
- 7 : J'aime beaucoup

OO REDMI NOTE 8
OO 48MP QUAD CAMERA

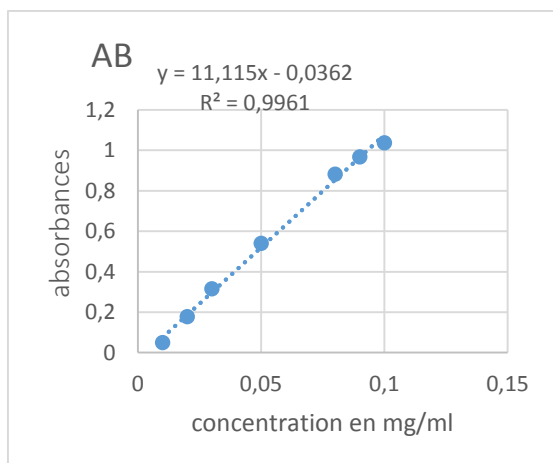
Échantillon n° 3 (Code : C)		Échantillon n° 4 (Code : D)	
1. Couleur :	Comment évaluez-vous la couleur de cet échantillon ?	1. Couleur :	Comment évaluez-vous la couleur de cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
2. Goût :	Comment évaluez-vous le goût de cet échantillon ?	2. Goût :	Comment évaluez-vous le goût de cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
3. Arôme :	Comment évaluez-vous l'arôme de cet échantillon ?	3. Arôme :	Comment évaluez-vous l'arôme de cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
4. Texture :	Comment évaluez-vous la texture de cet échantillon ?	4. Texture :	Comment évaluez-vous la texture de cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
5. Apparence générale :	Comment évaluez-vous l'apparence de cet échantillon ?	5. Apparence générale :	Comment évaluez-vous l'apparence de cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
6. Acceptabilité globale :	Quelle est votre appréciation globale pour cet échantillon ?	6. Acceptabilité globale :	Quelle est votre appréciation globale pour cet échantillon ?
	☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7		☐ 1 ☐ 2 ☐ 3 ☐ 4 ☐ 5 ☐ 6 ☐ 7
Remarques		Remarques	
Si vous avez des commentaires ou des suggestions pour cet échantillon, veuillez les indiquer ici :		Si vous avez des commentaires ou des suggestions pour cet échantillon, veuillez les indiquer ici :	

Figure 4. Questionnaire d'analyse sensorielle

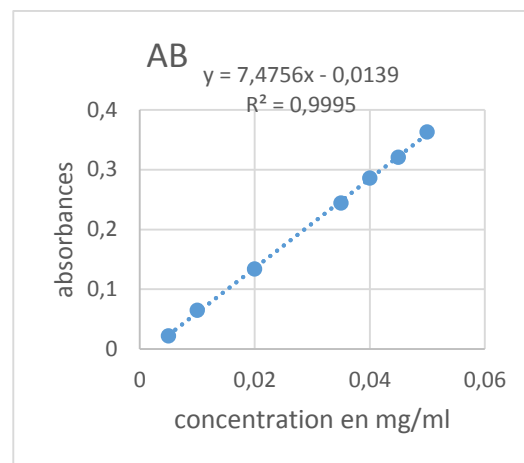
Annexe 05 : Dosage des polyphénols totaux : 'TPC'**Figure 5.** protocole du dosage des polyphénols totaux : 'TPC'**Annexe N° 06 : Dosage des flavonoïdes totaux****Figure 6.** protocole de dosage des flavonoïdes

Annexe N° 07 : Dosage de l'activité antiradicalaire DPPH**Figure 7.** protocole du dosage de l'activité antiradicalaire DPPH**Annexe N° 08 : Dosage du pouvoir réducteur FRAP****Figure 8.** Protocole de dosage du pouvoir réducteur FRAP

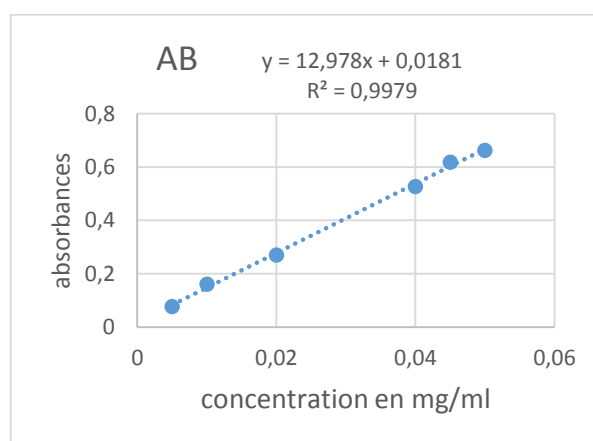
Annexe N°09 : courbes d'étalonnages



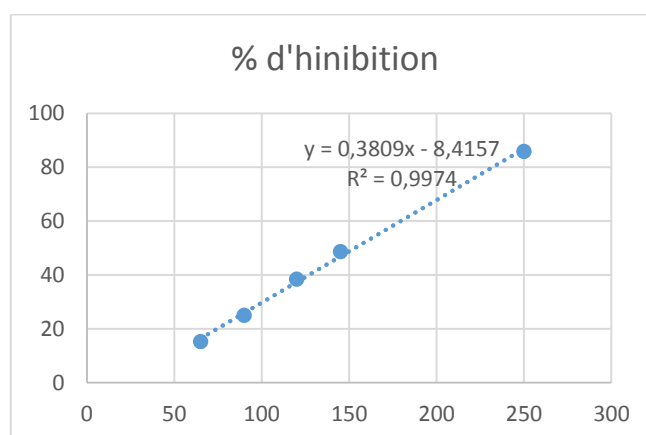
Courbe d'étalonnage des polyphénols



Courbe d'étalonnage des flavonoïdes



Courbe d'étalonnage des pouvoir réducteur de fer



Courbe d'étalonnage du DPPH

Figure 9. Courbes d'étalonnage

Résumé

Ce travail vise à valoriser la poudre de prunelle (*Prunus spinosa* L.), fruit riche en composés bioactifs, à travers son incorporation dans des biscuits. Trois formulations ont été testées, contenant respectivement 3 %, 5,5 % et 8 % de poudre de prunelle, afin d'évaluer leur impact sur les propriétés physico-chimiques, antioxydantes et sensorielles des produits finis. Les résultats montrent que l'enrichissement en poudre de prunelle entraîne une augmentation significative de la teneur en polyphénols totaux (jusqu'à 106,4 mg EAG/100 g à 8 %) et en flavonoïdes (45,2 mg EQ/100 g), ainsi qu'une amélioration de l'activité antioxydante évaluée par DPPH (59,1 % d'inhibition) et par FRAP (122,6 mg EAA/100 g). Sur le plan technologique, l'échantillon à 8 % a montré une réduction du ratio d'étalement ($4,64 \pm 0,35$) et une perte à la cuisson plus faible (9,45 %), traduisant une meilleure rétention d'humidité. Le pH a légèrement diminué mais est resté dans les seuils de stabilité microbiologique ($\text{pH} > 6$). L'analyse sensorielle a révélé une préférence marquée pour la formulation à 5,5 %, jugée équilibrée en goût, texture et couleur. Ainsi, l'ajout de poudre de prunelle améliore la qualité nutritionnelle et fonctionnelle des biscuits, tout en conservant une bonne acceptabilité.

Mots clés : Biscuit fonctionnel, *Prunus spinosa* L., Polyphénols, Activité antioxydante, Analyse sensorielle

Abstract

This study aims to valorize blackthorn powder (*Prunus spinosa* L.), a fruit rich in bioactive compounds, by incorporating it into biscuits. Three formulations containing 3%, 5.5%, and 8% of blackthorn powder were evaluated for their physicochemical, antioxidant, and sensory properties. The results revealed a significant increase in total polyphenols (up to 106.4 mg GAE/100 g at 8%) and flavonoids (45.2 mg QE/100 g), along with enhanced antioxidant activity as measured by DPPH (59.1% inhibition) and FRAP assays (122.6 mg AAE/100 g). Technologically, the 8% formulation showed a reduction in spread ratio (4.64 ± 0.35) and lower baking loss (9.45%), indicating improved moisture retention. The pH values slightly decreased over time but remained within the microbiological safety range ($\text{pH} > 6$). Sensory analysis highlighted the 5.5% enriched biscuit as the most appreciated in terms of taste, texture, and color. Overall, incorporating blackthorn powder into biscuit formulations improves nutritional and functional quality while maintaining strong consumer acceptability. This research supports the development of novel, functional bakery products using locally available natural resources.

Keywords: Functional biscuit, *Prunus spinosa* L., Polyphenols, Antioxidant activity, Sensory evaluation