

Université de Jijel

Faculté SNV

Département de Microbiologie appliquée et des sciences alimentaires

Master 1 contrôle de qualité des produits alimentaires

TP N° 1 : Impact d'un procédé de traitement thermique « pasteurisation » sur la qualité d'un jus de grenade

Objectif pédagogique : L'objectif principal de ce TP est de voir l'impact d'un traitement thermique sur la qualité physicochimique et sensorielle d'un jus de grenade.

Matériels nécessaires

- Bain marie
- Beuresettes
- pH-mètre
- spectrophotomètre
- béchers ou erlenmeyers
- tubes à essai
- papiers filtres
- vortex
- barreaux magnétiques
- tubes à hémolyse

Solvants et réactifs

- chlorure d'aluminium (2%)
- tampon chlorure de potassium (KCl, 0,025 M, pH 1)
- tampon acétate de sodium (CH₃COONa, 0,4 M, pH 4,5)
- méthanol : 100 mL

Méthodes

1. La matrice alimentaire étudiée : jus de grenade

Le jus de grenade est préparé manuellement en utilisant une presse à jus. Après, le jus obtenu est filtré et conservé jusqu'à utilisation.

2. La pasteurisation du jus de grenade

20 ml de jus de grenade filtré est mis dans un tube en pyrex et chauffé dans un bain marie à 68 °C pendant 15 min. le jus pasteurisé doit être immédiatement refroidit dans un bain de glace.

N.B. la température appliquée doit être atteinte au point critique de l'échantillon.

3. Mesure de pH

La valeur de pH du jus analysé est lue directement sur le pH mètre en plongeant directement l'électrode dans la solution du jus d'orange.

N.B. le pH mètre doit préalablement étalonné.

4. Détermination de l'acidité titrable

Le titrage de l'acidité jus de grenade (10 ml) est réalisé avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH, 0.1N) jusqu'à un pH de 8.1 à 8.2.

Expression des résultats :

$$N_{\text{acide citrique}} \times V_{\text{acide citrique}} = N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}}$$

$$m_{\text{acide citrique}} \text{ (g/100 mL du jus)} = 0.064 \times V_{\text{NaOH}}$$

Ou : N : normalité m : masse en grammes, V : volume en ml.

5. Dosage des flavonoïdes

1 ml d'extrait de jus a été mélangé avec 1 ml de chlorure d'aluminium (AlCl₃) à 2%. Après 15min de réaction à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 430nm. Les résultats sont exprimés en mg équivalent rutine (ER)/ litre du jus en utilisant une courbe d'étalonnage (annexe).

N.B. trouver la bonne dilution pour le dosage

6. Le dosage des anthocyanes

La teneur en anthocyanes a été déterminée par la méthode de pH différentiel. La méthode du pH-différentiel est basée sur le changement de la structure du chromophore d'anthocyane entre pH 1,0 et 4,5. Pour cela, la teneur en anthocyanes totale est mesurée en utilisant deux tampons : le chlorure de potassium (KCl) à pH 1,0 (0,025 M) et l'acétate de sodium (CH₃CO₂Na) à pH 4,5 (0,5 M). Deux dilutions de l'échantillon à analyser, l'une avec le tampon pH 1,0 et l'autre avec le tampon pH 4,5, ont été préparées et laissées au repos 10 min. Après, les absorbances des échantillons dilués avec le tampon pH 1,0 et pH 4,5 sont déterminées pour les deux longueurs d'ondes : 520 nm et 700 nm (pour corriger le trouble).

L'absorbance de l'échantillon dilué (A) est comme suit :

$$A = (A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH}1,0} - (A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH}4,5}$$

D'où la concentration des pigments en anthocyanes monomères dans l'échantillon initial est calculée comme suit :

Pigment d'anthocyane monomère (mg Equivalent cyanidine/litre) =

$$\frac{(A \times MW \times DF \times 1000)}{\epsilon \times 1}$$

Où : **A** : L'absorbance de l'échantillon. **MW** : Masse molaire de la cyanidine 3-glucoside) =449,2 g/mol. **DF**: Facteur de dilution de l'échantillon. **ε**: Coefficient d'extinction molaire = 26900 L.mol⁻¹.

7. Détermination de la teneur en vitamin C

La détermination de la quantité de la vitamine C dans les échantillons de jus traités est déterminée par HPLC comme décrit par Mertz (2009). Des échantillons de jus de 1 mL ont été filtrés à travers un filtre membrane de 0,45 m. Ensuite, 10 microlitres des échantillons filtrés ont été injectés dans un HPLC DIONEX ULTIMATE 3000 équipé d'un détecteur à réseaux de diodes (DAD), d'une pompe quadripartite et d'un échantillonneur automatique. La séparation a été réalisée à 30 °C en utilisant une colonne ACE 5 C18 (250 mm × 4,6 mm, 5 microns) (AIT FRANCE, COAL, France). **Le système de solvant isocratique était une solution d'acide sulfurique à 0,01 % (pH = 2,6)**, avec un débit maintenu à 0,5 mL min⁻¹ pendant un temps d'injection de 10 min. L'AA élué a été surveillé par détection UV à 245 nm. Pour la quantification, une courbe standard a été générée avec la solution standard d'AA, dans la plage de travail des échantillons (six points de 25 à 600 mg L⁻¹). L'équation de régression est $y=0,878x+11,929$. Les valeurs de récupération en pourcentage varient de 95 à 104 %, avec une limite de détection (LOD) de 14,58 mg L⁻¹ et une limite de quantification (LOQ) de 48,60 mg L⁻¹. Les résultats ont été exprimés en mg d'acide ascorbique par litre de jus d'orange sanguine.

8. Détermination de l'indice de brunissement non enzymatique

L'absorbance de l'échantillon a été mesurée, après dilution du jus dans une solution tampon à pH 1.0, à deux longueurs d'onde : à 520 nm, l'absorbance maximale des anthocyanes, et à 420 nm pour l'absorbance à la fois de produits de brunissement et des anthocyanes. L'indice de brunissement non-enzymatique a été calculé par l'équation suivante :

$$IB= A_{520}/A_{420}$$

9. Evaluation de la couleur

L'intensité de la couleur est la somme des valeurs des absorbances mesurées à 420 nm et à 520 nm.

Le jus est dilué avec l'eau distillée pour obtenir une absorbance inférieure à 1 mesurée à 520 nm.

L'intensité de la couleur est déterminée selon l'équation suivante :

| |
|--|
| $\text{Intensité de la couleur} = [(A_{420nm}+A_{520})-2(A_{700})].FD$ |
|--|

4°M0§ /0LL**|Annexe (courbe d'étalonnage)

