

Optimisation de l'extraction des jus des calices séchés de roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)

[Optimization of the extraction of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) dried calyxes' juice]

Luc Takongmo NGouadjo¹, André Youmssi², Zangué S.C. Desobgo³, and Joseph Kayem¹

¹Département de Génie des Procédés et d'Ingénierie
Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-Industrielles (ENSAI) de l'Université de Ngaoundéré,
Ngaoundéré, Cameroun

²Département de Génie Electrique
Institut Universitaire de Technologie (IUT) de l'Université de Ngaoundéré,
Ngaoundéré, Cameroun

³Département de Génie Alimentaire et Contrôle Qualité
Institut Universitaire de Technologie (IUT) de l'Université de Ngaoundéré,
Ngaoundéré, Cameroun

Copyright © 2013 ISSR Journals. This is an open access article distributed under the **Creative Commons Attribution License**, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

ABSTRACT: The objective of the work consisted in modeling and optimizing the juice extraction physicochemical characteristics from *Hibiscus sabdariffa* L., in order to be able to put forward its qualities. This was done using response surface methodology (RSM). The models obtained at 60°C using Doehlert experimental design were of second order with interaction. The validation of those models used the coefficient of correlation R^2 (0.998 and 0.994 respectively for turbidity and extract), the absolute average deviation (AAD) (0.068 and 0.056 respectively for turbidity and extract), the bias factor (0.95 and 0.98 respectively for turbidity and extract) and the exactitude factor (1.08 and 1.05 respectively for turbidity and extract). In this study, factors as calyxes/water ratio and maceration time which influenced significantly on juice turbidity and extract was modeled and optimized. The calyxes/water ratio contributions were 34% and 43% respectively for turbidity and extract while, the maceration time contributions were 23% and 10% respectively for turbidity and extract. At 60 °C of extraction temperature, we were able to have turbidity up to 307.22 NTU and extract up to 12 °B. When optimizing the responses, it was possible to have juices with less turbidity (≤ 200 NTU) and high extract (≥ 6 °B).

KEYWORDS: Optimization, modeling, *Hibiscus sabdariffa* L., turbidity, extract.

RESUME: L'objectif du travail a consisté en une optimisation des caractéristiques physicochimiques des jus d'*Hibiscus sabdariffa* L. au cours de l'extraction, afin de pouvoir ressortir ses qualités. Ceci a été effectué en utilisant la méthodologie de surfaces de réponses (MSR). Les modèles obtenus à 60°C ont utilisé le plan d'expérience de Doehlert et, sont du second degré avec interaction. La validation de ces modèles s'est faite en utilisant le coefficient de détermination R^2 (0,998 et 0,994 respectivement pour la turbidité et l'extrait), l'analyse absolue de déviation moyenne (AADM) (0,068 et 0,056 respectivement pour la turbidité et l'extrait), le facteur de biais (0,95 et 0,98 respectivement pour la turbidité et l'extrait) et le facteur d'exactitude (1,08 et 1,05 respectivement pour la turbidité et l'extrait). Dans cette étude, les facteurs comme le rapport calices/eau et le temps de macération qui ont influencé significativement sur la turbidité et l'extrait de jus ont été modélisés et optimisés. Les contributions du ratio calices/eau ont été de 34% et 43% respectivement pour la turbidité et l'extrait tandis que, les contributions du temps de macération ont été de 23% et 10% respectivement pour la turbidité et l'extrait. A la température d'extraction de 60 °C, une turbidité maximale de 307,22 NTU et un extrait d'environ 12 °B ont été

obtenus. Les modèles ont été du second ordre avec l'interaction. En optimisant les réponses, il a été possible d'avoir des jus avec moins de turbidité (≤ 200 NTU) et plus d'extrait (≥ 6 °B).

MOTS-CLEFS: Optimisation, modélisation, *Hibiscus sabdariffa* L., turbidité, extrait.

1 INTRODUCTION

L'oseille de Guinée ou Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.), encore appelée Foléré au Cameroun fait partie de la famille des Malvacées. Il a de bonnes potentialités nutritionnelles [1]. Ses propriétés hypocholestérolémiques, antihypertensives, antioxydantes, cardio protectrices, et hepatoprotectrices ont été mises en évidence sur les rats et les lapins [2-5]. Les calices contiennent des pigments rouges brillants de quatre anthocyanes comprenant le dephinidin 3-sambubioside ou hybiscin et la cyanidine 3-sambubioside comme pigments principaux et le delphinidine 3-glucoside et cyanidine 3-glucoside comme pigments mineurs [6, 7]. Les anthocyanines de Roselle peuvent également contribuer pour la santé comme une bonne source d'antioxydants et, aussi comme colorant naturel. Le "foléré" jus fait à partir des calices séchés de Hs est récemment devenu une boisson non alcoolisée populaire au Cameroun. Au Nord Cameroun, l'oseille de Guinée (*Hibiscus sabdariffa* L.) occupe une place très importante dans l'activité économique des populations, et est surtout cultivé pour ses multiples utilisations. Il est très apprécié du fait de sa belle couleur rouge, de son goût et de sa richesse en oligo éléments: il est riche en fer, phosphore et calcium, la teneur protéinique des calices varie entre 1,5% et 3,5% [8]. Bien qu'il existe plusieurs travaux sur *Hibiscus sabdariffa* L., aucune approche modélisant l'impact des paramètres liés à l'extraction n'a été abordé jusqu'à lors. Ainsi, l'objectif de ce travail consiste à expliciter et comprendre l'impact de deux paramètres (Rapport calice/eau et le temps de macération) sur les propriétés physicochimiques des jus extraits. Tout ceci est exécuté pour trois différentes températures.

2 OBTENTION DE LA MATIERE PREMIERE ET DU JUS

Les calices d'oseilles utilisées ont été obtenus de l'IRAD de Maroua et sont du type « vinto » de la variété rouge d'*Hibiscus sabdariffa* L.

Le jus quant à lui est obtenu de la façon suivante : Après le tri de la matière première, des masses précises de calices et d'eau (pour respecter les ratios calice/eau de chaque expérience) sont mélangés. La macération s'est effectuée sous agitation pendant différents temps (temps correspondants au plan d'expérience). Une fois le temps de macération écoulé, le tout est filtré et stérilisé puis conservé pour analyses physicochimiques. Il est à signaler que la macération s'est effectuée à 60 °C.

3 ANALYSES PHYSICOCHIMIQUES DES JUS

3.1 L'EXTRAIT

Elle permet de déterminer la quantité de sucre produit après macération en utilisant un réfractomètre à mains. Une goutte de solution est répandue sur la surface réfringente d'un réfractomètre à main et l'intensité de la lumière réfractée est mesurée.

Une goutte de chaque jus est placée sur la surface en verre du réfractomètre à main de marque Euromex dont les fonctions sont basées sur la réfraction de la lumière. Les teneurs en sucre exprimées en degré Brix (°B) sont directement lues sur les graduations du réfractomètre.

3.2 LA TURBIDITÉ

La turbidité est un effet optique. L'indice de diffusion est une propriété intrinsèque des suspensions permettant de caractériser leur aspect optique. Cet effet optique est provoqué par la présence de particules très fines réparties dans un milieu de dispersion liquide ; l'indice de réfraction de ces particules diffère de celui du milieu de dispersion.

Après le macérage et la filtration, le jus a été introduit dans la cellule en quartz du turbidimètre HACH 2100N (Hach company headquarters, Loveland CO, USA). La cellule est introduite dans ce turbidimètre, puis la lecture a été faite après stabilisation de la valeur affichée. L'unité étant en NTU (Nephelometric Turbidity Unit).

4 MODÉLISATION

4.1 ETABLISSEMENT DES MODÈLES MATHÉMATIQUES

Les facteurs exploités ont été ceux qui ont facilité le processus de d'extraction du jus. Ces facteurs ont été le ratio calice/eau (X_1) et le temps de macération (X_2). Le plan d'expérience de Doehlert à 2 facteurs a été utilisé pour l'exécution des manipulations. Les facteurs retenus ont conduit à la construction d'une matrice d'expérience (W). Ces facteurs ont été choisis à cause de leur importance sur la qualité du jus final. En effet, le ratio calice/eau (X_1) permettrait d'avoir une influence sur la qualité du jus. Le temps de macération quant à lui permettrait une diffusion des constituants des calices dans l'eau de macéragé.

Les réponses qui ont été retenues après filtration ont été : l'extrait (°B), la turbidité (NTU), le pH et la conductivité (mS/cm).

Une opération de transformation des variables codées en variables réelles (matrice W_i) a été effectuée pour des besoins de manipulations. Cette opération a permis de rendre comparables les effets des variables réelles, qui ne sont pas forcements exprimés dans les mêmes unités. La transformation la plus utilisée [9-14] a été :

$$x_j = \frac{U_j - U_j^0}{\Delta U_j} \quad (4.1)$$

Avec : x_j = valeur de la variable codée j ; U_j = valeur de la variable naturelle j ; U_j^0 = valeur de la variable naturelle j au centre du domaine ; ΔU_j est appelé « pas » de variation.

Et ;

$$U_j^0 = \frac{U_j^{\max} + U_j^{\min}}{2} \quad (4.2)$$

U_j^{\max} = valeur maximale de la variable naturelle j ; U_j^{\min} = valeur minimale de la variable naturelle j .

Après le choix de la conception du plan d'expérience (celui de Doehlert pour ce qui nous concerne), l'équation modèle a été définie et des coefficients de l'équation modèle ont été prévus. Le modèle utilisé dans la méthode des surfaces de réponses a été généralement une pleine équation quadratique ou la forme diminuée de cette équation. Le modèle du second degré a pu être écrit [14, 15] comme suit :

$$y = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (4.3)$$

Avec β_0 : la constante, ε : l'erreur et les β_j , β_{jj} et β_{ij} ont été les coefficients du modèle.

L'expression matricielle du modèle a été donnée par l'équation :

$$y = W\beta + \varepsilon \quad (4.4)$$

Cela a été traduit par :

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & x_{12} & \cdots & x_{1k} \\ 1 & x_{21} & x_{22} & \cdots & x_{2k} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & x_{n1} & x_{n2} & \cdots & x_{nk} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_k \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_0 \\ \varepsilon_1 \\ \vdots \\ \varepsilon_k \end{bmatrix} \quad (4.5)$$

Le système d'équations donné ci-dessus a été résolu suivant la méthode des moindres carrés. La Méthode des Moindres Carrés (MMC) est une technique de régression multiple et cette méthode peut être récapitulée comme suit pour notre cas :

Dans la MMC, on a supposé que des erreurs aléatoires sont identiquement distribuées avec des zéros moyens et une variance inconnue commune et, elles sont indépendantes l'une de l'autre.

La différence entre la valeur obtenue et la valeur adaptée (\hat{y}) pour la $i^{\text{ème}}$ observation a été donnée par :

$$\varepsilon_i = y_i - \hat{y}_i \quad (4.6)$$

ε est le résidu (erreur) et a été une évaluation du ε_i correspondant. Ce résidu prend en compte dans un premier temps un manque d'ajustement qui traduit le décalage possible du modèle polynomial d'avec le modèle réel et, dans un second temps les erreurs expérimentales qui sont liées à la nature aléatoire de la réponse [16].

Le critère pour choisir les évaluations des β_j a été qu'elles devraient réduire au minimum la somme des résidus au carré, qui s'appelle souvent la somme des erreurs au carré et, a été notée SSE. Ainsi :

$$SSE = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \sum \left(y_i - \hat{y}_i \right)^2 \quad (4.7)$$

Les résidus ont été évalués suivant l'équation :

$$\varepsilon = y - W\beta \quad (4.8)$$

Et, SSE a eu pour expression :

$$SSE = \varepsilon^T \varepsilon = (y - W\beta)^T (y - W\beta) \quad (4.9)$$

Différenciant le SSE en fonction de β , on a obtenu un vecteur des dérivées partielles comme suit :

$$\frac{\partial}{\partial \beta} (SSE) = -2W^T (y - W\beta) \quad (4.10)$$

$$\text{En posant cette dérivée égale à } 0, \text{ on a eu : } y = W\beta \quad (4.11)$$

Ce système d'équations a pu être résolu directement pour obtenir les coefficients de β par:

$$W^T W\beta = W^T y \quad (4.12)$$

La solution formelle de ces équations a été alors :

$$\beta = (W^T W)^{-1} W^T y = C M^T y \quad (4.13)$$

Avec :

$$C = (W^T W)^{-1} \quad (4.14)$$

Avec C, la matrice carrée.

Les équations ont permis de déterminer pour chaque j, la valeur de la variable naturelle au centre du domaine et le pas de variation ΔU_j . Le plan de Doehlert permet un ajout de combinaison dans le domaine sans perturber les caractéristiques de la matrice d'expérience [16].

Les matrices de variables réelles (W_r) ont été ainsi obtenues utilisant chaque x_j correspondant à la matrice de variables codées (W). Elles sont présentées comme suit :

$W =$ <table style="border: 1px solid black; border-radius: 15px; padding: 10px; width: 80%; margin-left: 20px;"> <thead> <tr> <th style="padding: 5px;">X_1</th> <th style="padding: 5px;">X_2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td style="padding: 5px;">0,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">1,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">-1,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">0,500</td><td style="padding: 5px;">0,866</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">-0,500</td><td style="padding: 5px;">-0,866</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">0,500</td><td style="padding: 5px;">-0,866</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">-0,500</td><td style="padding: 5px;">0,866</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">0,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">0,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">0,000</td><td style="padding: 5px;">0,000</td></tr> </tbody> </table>	X_1	X_2	0,000	0,000	1,000	0,000	-1,000	0,000	0,500	0,866	-0,500	-0,866	0,500	-0,866	-0,500	0,866	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	$W_r =$ <table style="border: 1px solid black; border-radius: 15px; padding: 10px; width: 80%; margin-left: 20px;"> <thead> <tr> <th style="padding: 5px;">X_1 Calices/eau (%)</th> <th style="padding: 5px;">X_2 Temps (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td style="padding: 5px;">11</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">20</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">2</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">15,5</td><td style="padding: 5px;">90</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">6,5</td><td style="padding: 5px;">10</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">15,5</td><td style="padding: 5px;">10</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">6,5</td><td style="padding: 5px;">90</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">11</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">11</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">11</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> </tbody> </table>	X_1 Calices/eau (%)	X_2 Temps (min)	11	50	20	50	2	50	15,5	90	6,5	10	15,5	10	6,5	90	11	50	11	50	11	50
X_1	X_2																																												
0,000	0,000																																												
1,000	0,000																																												
-1,000	0,000																																												
0,500	0,866																																												
-0,500	-0,866																																												
0,500	-0,866																																												
-0,500	0,866																																												
0,000	0,000																																												
0,000	0,000																																												
0,000	0,000																																												
X_1 Calices/eau (%)	X_2 Temps (min)																																												
11	50																																												
20	50																																												
2	50																																												
15,5	90																																												
6,5	10																																												
15,5	10																																												
6,5	90																																												
11	50																																												
11	50																																												
11	50																																												

Les valeurs des coefficients ont donné la forme définitive de l'équation du modèle. Les opérations matricielles pour évaluer le vecteur β ont été effectuées grâce au logiciel Systat® version 12 (Systat Software, Inc., San Jose, USA). Les graphes quant à eux ont été tracés grâce au logiciel Sigmaplot® version 11 build 11.0.0.77 (wpcubed, GmbH, Germany).

Le plan d'expérience de Doehlert à 2 facteurs qui a été utilisé pour l'extraction des jus des calices de *Hibiscus sabdariffa* L., a été constitué de : ratio calice/eau [2-20 %] et temps de macération [10-90 min]. Toutes les manipulations ont été répétées 3 fois. La matrice W de variables codées a été transformée en matrice W_r de variables réelles pour des besoins de plan d'expérimentation.

Il est à noter que, le choix du modèle définitif (maintien ou retrait des facteurs non significatifs) est laissé à l'appréciation de l'expérimentateur qui, lui, connaît les enjeux et les risques de l'étude [16].

4.2 VALIDATION DES MODÈLES MATHÉMATIQUES.

La qualité de l'ajustement des équations du second degré a été exprimée par le coefficient de détermination R^2 . Les modèles ont été validés suivant deux méthodes. La première méthode était l'Analyse Absolue de Déviation Moyenne (AADM) [17], alors que la deuxième méthode consistait en l'application du facteur polarisé et du facteur d'exactitude [18].

- Méthode 1 :

La représentativité du modèle est passée par une analyse statistique dont le but a été de donner une légitimité scientifique au modèle obtenu. Après que les coefficients de régression aient été obtenus, la réponse prévue a pu être facilement calculée en utilisant l'équation du modèle. Habituellement le comportement du système est inconnu ainsi, on a dû vérifier si les modèles s'ajustent bien aux données expérimentales. Pour la vérification de l'adéquation du modèle, plusieurs techniques sont effectuées. Certaines de ces techniques ont été l'analyse résiduelle mesurant des résidus, la somme d'erreur de prévision des résidus, et l'essai du manque d'ajustement. Les possibilités prédictives globales du modèle ont été généralement expliquées par le coefficient de détermination (R^2). D'une part, on n'a pas oublié que le coefficient de détermination (R^2), seul, n'est pas une mesure de l'exactitude du modèle. C'est une mesure de la quantité réduction de la variabilité de réponse obtenue en employant les variables de répresser dans le modèle. Cependant, une valeur élevée de R^2 n'a pas nécessairement impliqué que le modèle de régression est bon. Ajouter une variable supplémentaire au modèle augmentera toujours R^2 , indépendamment du fait que la variable additionnelle soit statistiquement significative ou pas. Ainsi, il est possible aux modèles qui ont de grandes valeurs de R^2 , d'apporter des prévisions médiocres à de nouvelles observations ou des évaluations de la réponse moyenne [19]. Si on trace des résultats expérimentaux contre les résultats des modèles, on devrait obtenir une ligne droite passant l'origine avec l'angle de 45°. Mais dans certains cas on pourrait obtenir une telle ligne avec $y = ax+b$. On a pu éliminer ces types d'erreurs en employant l'analyse absolue de déviation moyenne (AADM), qui est une méthode directe pour décrire les déviations.

Le coefficient de détermination R^2 et L'AADM ont été calculés grâce aux équations suivantes :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_{i,cal} - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_{i,exp} - \bar{y})^2} \tag{4.15}$$

$$AADM = \frac{\left[\sum_{i=1}^n \left(\frac{|y_{i,exp} - y_{i,cal}|}{y_{i,exp}} \right) \right]}{n} \quad (4.16)$$

Où $y_{i,exp}$ et $y_{i,cal}$ ont été respectivement les réponses expérimentales et calculées, n est le nombre d'expériences effectuées et \bar{y} a été la moyenne des réponses expérimentales.

L'évaluation de R^2 et des valeurs du AADM ensemble, devrait être meilleure pour vérifier l'exactitude du modèle. R^2 doit être proche de 1 et l'AADM entre les données prévues et observées doit être aussi petit que possible [17]. Les valeurs acceptables de R^2 et les valeurs l'AADM signifient que l'équation modèle définit le comportement vrai du système et elle peut être employée pour l'interpolation dans le domaine expérimental. On doit faire attention au sujet de l'extrapolation au-delà de la région contenant les observations originales. Il est tout à fait possible qu'un modèle qui s'adapte bien dans la région des données originales ne s'adapte plus à l'extérieur.

- Méthode 2 :

La validation du modèle a été mesurée en comparant les valeurs théoriques et observées. Les équations suivantes [18] ont été données pour le facteur polarisé, B_f , et le facteur polarisé d'exactitude, A_{f1} :

$$B_f = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \log \left(\frac{y_{i,cal}}{y_{i,exp}} \right)} \quad (4.17)$$

$$A_{f1} = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| \log \left(\frac{y_{i,cal}}{y_{i,exp}} \right) \right|} \quad (4.18)$$

Le modèle prédictif parfait conduit à : $A_{f1} = B_f = 1$.

Le modèle prédictif acceptable est défini tel que : $0,75 < B_f$ ou $A_{f1} < 1,25$ [20].

5 OPTIMISATION

L'optimisation du processus d'extraction est portée sur les caractéristiques optimales des jus obtenus. Ainsi, l'optimisation a pris en compte un jus qui a un maximum d'extrait possible et une turbidité la plus basse possible. C'est-à-dire, turbidité ≤ 200 NTU et l'extrait ≥ 6 °B. Cette optimisation s'est faite en superposant les courbes d'iso réponses obtenues grâce au logiciel Sigmaplot 11.

6 RESULTATS ET DISCUSSION

6.1 MODELISATION

6.1.1 L'EFFET DES FACTEURS SUR LA TURBIDITE

Les manipulations effectuées à 60 °C à partir du plan d'expérience de Doehlert (2 facteurs) ont conduit aux résultats consignés dans le tableau 1. Le modèle mathématique obtenu tient compte des variables codées et se présente comme suit pour le suivi de la turbidité des jus :

$$Y_1(X_1, X_2) = 86,90 + 92,93X_1 + 63,22X_2 + 55,20X_1X_2 + 41,25X_1^2 - 21,88X_2^2 \quad (5.1)$$

$Y_1(X_1, X_2)$ = Modèle mathématique pour le suivi de la turbidité des jus de « Foléré ». X_1 = Ratio Calices/eau et X_2 = Temps de macération.

Les valeurs des coefficients de détermination $R^2 = 0,998$ et $R^2(\text{adj}) = 0,997$ combinées aux AADM de 0,068 B_f de 0,95 et A_{f1} de 1,08 ont permis de valider le modèle pour le suivi de la turbidité des jus de « Foléré » [17] [20]. Les facteurs des modèles

sont linéaires (X_1 et X_2), quadratiques (X_1^2 et X_2^2) et avec interactions (X_1X_2). Ils sont statistiquement considérés significatifs ou non pour la turbidité des jus de « Foléré » si la probabilité (P) est $\leq 0,05$ ou $\geq 0,05$ respectivement (Tableau 2).

Tableau 1. Suivi de la turbidité des jus de « Foléré » obtenue à 60 °C

Valeurs codées		Valeurs réelles		Jus d' <i>Hibiscus sabdariffa</i> L.		
Calices/eau	Temps	Calices/eau (%)	Temps (min)	Turbidité (NTU)		
X_1	X_2	X_1	X_2	Exp ^a	Théo ^b	Res ^c
0,000	0,000	11	50	86,80	86,90	-0,10
1,000	0,000	20	50	224,00	221,08	2,92
-1,000	0,000	2	50	32,30	35,22	-2,92
0,500	0,866	15,5	90	203,00	205,92	-2,92
-0,500	-0,866	6,5	10	6,40	3,49	2,91
0,500	-0,866	15,5	10	45,70	48,62	-2,92
-0,500	0,866	6,5	90	68,10	65,19	2,91
0,000	0,000	11	50	86,70	86,90	-0,20
0,000	0,000	11	50	87,10	86,90	0,20
0,000	0,000	11	50	87,00	86,90	0,10

a Valeurs expérimentales, b Valeurs théoriques (valeurs provenant du modèle). c Résidus.

Le tableau 2 présente l'impact des différents facteurs sur la réponse. Il ressort de ce tableau que, toutes les contributions singulières, quadratiques, ainsi que l'interaction ont un impact significatif sur la turbidité des jus.

Tableau 2. Estimation des coefficients du modèle pour le suivi de la turbidité des jus de « Foléré »

Effets	Coefficients	Déviations standard	T	Probabilité
Constante	86,90	1,788	48,606	0,000
X_1	92,93	2,064	45,017	0,000
X_2	63,22	2,064	30,624	0,000
X_1^2	41,25	3,097	13,321	0,000
X_2^2	-21,88	3,097	-7,067	0,002
X_1X_2	55,20	4,129	13,368	0,000

La figure 1A présente l'influence du ratio calices/eau (X_1) sur la turbidité des jus de « Foléré ». On constate qu'au départ, c'est-à-dire en présence du ratio calices/eau le plus faible (correspondant à -1 en valeur codée et 2 % en valeur réelle) et temps de macération le plus court (correspondant à -0,866 en valeur codée et 10 min en valeur réelle), on a une turbidité de 11,86 NTU. Cette turbidité diminue jusqu'à atteindre un minimum de turbidité de 3,39 NTU à un ratio calices/eau d'environ 6 % (- 0,546 en valeur codée). Par la suite, cette turbidité augmente jusqu'à la valeur de 102,12 NTU à un ratio calices/eau de 20 % (1 en valeur codée). En effet, la macération des calices dans l'eau, permettrait le passage des fractions insolubles dans l'eau, augmentant ainsi la turbidité des jus. D'après le modèle mathématique, dans sa forme linéaire (X_1) et quadratique (X_1^2), le ratio calices/eau a un impact significatif sur la turbidité des jus de « Foléré », soit une probabilité de 0,000 chacun (tableau 2). Les contributions sont en effet de 34 % et 15 % respectivement pour X_1 et X_1^2 (fig.2A).

La figure 1B présente l'influence du temps de macération (X_2) sur la turbidité des jus de « Foléré ». On constate qu'au départ, c'est-à-dire en présence du ratio calices/eau le plus faible (correspondant à -1 en valeur codée et 2 % en valeur réelle) et temps de macération le plus court (correspondant à -0,866 en valeur codée et 10 min en valeur réelle), on a également une turbidité de 11,86 NTU. Cette turbidité augmente jusqu'à atteindre un maximum de turbidité de 35,95 NTU à un temps de macération d'environ 59 min (0,183 en valeur codée). Cette turbidité diminue ensuite jusqu'à la valeur de 25,75 NTU à un temps de macération de 90 min (0,866 en valeur codée). En effet, un contact prolongé (X_2) des calices avec l'eau, permettrait une extraction plus grande des fractions insolubles et, par ricochet, une augmentation de la turbidité (fig.1B). D'après le modèle mathématique, dans sa forme linéaire (X_2) et quadratique (X_2^2), le temps de macération a un impact

significatif sur la turbidité des jus de « Foléré », soient des probabilités de 0,000 et 0,002 respectivement (tableau 2). Les contributions sont en effet de 23 % et 8 % respectivement pour X_2 et X_2^2 (fig.2A).

L'interaction (X_1X_2) contribuerait à l'augmentation de la turbidité. En effet, on part de 3,39 NTU (pour un ratio calices/eau et temps de macération respectif de 2 % et 10 min) à 307,22 NTU (pour un ratio calices/eau et temps de macération respectif de 20 % et 90 min). Ceci se justifierait par le fait que le rapport calices/eau combiné à un temps de de macération prolongé contribue à une extraction importante des composés insolubles présents dans les calices (fig.2B). D'après le modèle mathématique, l'interaction (X_1X_2) a un impact significatif sur la turbidité des jus de « Foléré », soit une probabilité de 0,000 (tableau 2). Sa contribution est en effet de 20 % (fig.2A).

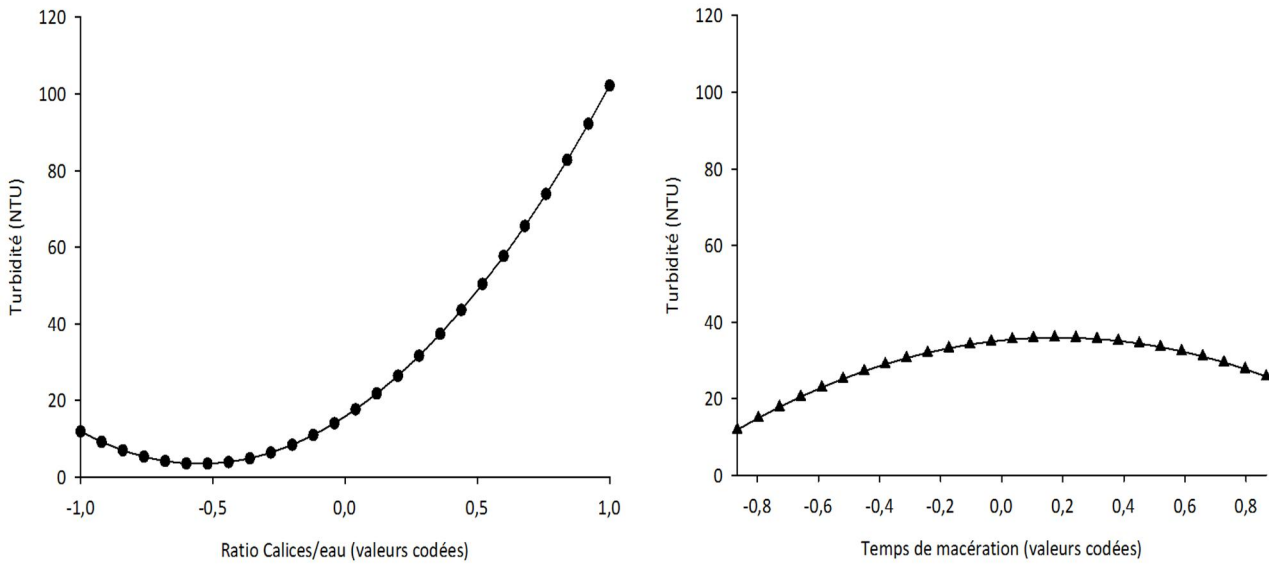


Fig. 1. A : Effet du ratio calices/eau sur la turbidité des jus de « Foléré ». B : Effet du temps de macération sur la turbidité des jus de « Foléré ».

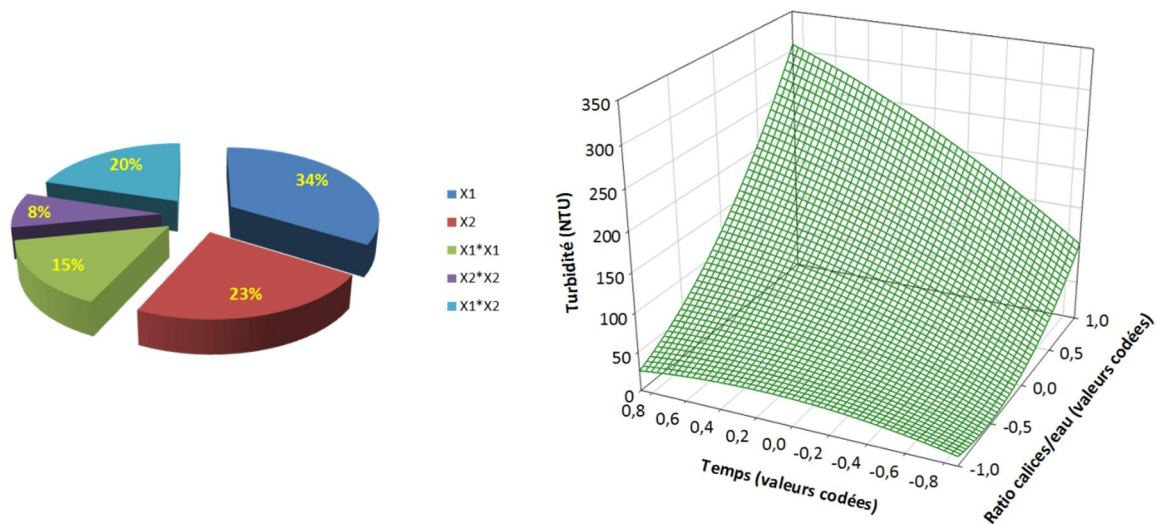


Fig. 2. A : Contribution des facteurs sur la turbidité des jus de « Foléré ». B : Impact de l'interaction (X_1X_2) sur la turbidité des jus de « Foléré »

6.1.2 L'EFFET DES FACTEURS SUR L'EXTRAIT

Les manipulations ont été effectuées à 60 °C à partir du plan d'expérience de Doehlert (2 facteurs) et les résultats sont consignés dans le tableau 3.

Tableau 3. Suivi de l'extrait des jus de « Foléré » obtenu à 25 °C

Valeurs codées		Valeurs réelles		Jus d' <i>Hibiscus sabdariffa</i> L.		
Calices/eau	Temps	Calices/eau (%)	Temps (min)	Extrait (°B)		
X ₁	X ₂	X ₁	X ₂	Exp ^a	Théo ^b	Res ^c
0,000	0,000	11	50	5,50	5,25	0,25
1,000	0,000	20	50	12,00	11,82	0,18
-1,000	0,000	2	50	2,50	2,68	-0,18
0,500	0,866	15,5	90	7,00	7,18	-0,18
-0,500	-0,866	6,5	10	1,00	0,82	0,18
0,500	-0,866	15,5	10	6,50	6,68	-0,18
-0,500	0,866	6,5	90	4,10	3,92	0,18
0,000	0,000	11	50	5,00	5,25	-0,25
0,000	0,000	11	50	5,50	5,25	0,25
0,000	0,000	11	50	5,00	5,25	-0,25

a Valeurs expérimentales. b Valeurs théoriques (valeurs provenant du modèle). c Résidus.

Le modèle mathématique obtenu tient compte des variables codées et se présente comme suit pour le suivi de l'extrait des jus :

$$Y_2(X_1, X_2) = 5,25 + 4,56X_1 + 1,03X_2 - 1,50X_1X_2 + 2,00X_1^2 - 1,46X_2^2 \quad (5.2)$$

$Y_2(X_1, X_2)$ = Modèle mathématique pour le suivi de l'extrait des jus de « Foléré ». X₁ = Ratio Calices/eau et X₂ = Temps de macération.

Les valeurs des coefficients de détermination R² = 0,994 et R²(adj) = 0,986 combinées aux AADM de 0,056 B_f de 0,98 et A_{f1} de 1,05 ont permis de valider le modèle pour le suivi de l'extrait des jus de « Foléré » [17] [20]. Les facteurs des modèles sont linéaires (X₁ et X₂), quadratiques (X₁² et X₂²) et avec interactions (X₁X₂). Ils sont statistiquement considérés significatifs ou non pour l'extrait des jus de « Foléré » si la probabilité (P) est ≤ 0,05 ou ≥ 0,05 respectivement (Tableau 4)

Le tableau 4 présente l'impact des différents facteurs sur la réponse. Il ressort de ce tableau que, toutes les contributions singulières, quadratiques, ainsi que l'interaction ont un impact significatif sur l'extrait des jus.

Tableau 4. Estimation des coefficients du modèle pour le suivi de l'extrait des jus de « Foléré »

Effets	Coefficients	Déviations standard	T	Probabilité
Constante	5,25	0,1680	31,247	0,000
X ₁	4,56	0,1940	23,539	0,000
X ₂	1,03	0,1940	5,357	0,006
X ₁ ²	2,00	0,2910	6,873	0,002
X ₂ ²	-1,46	0,2910	-5,040	0,007
X ₁ X ₂	-1,50	0,3880	-3,869	0,018

La figure 3A présente l'influence du ratio calices/eau (X₁) sur l'extrait des jus de « Foléré ». On constate qu'au temps minimal de macération soit 10 min (correspondant à - 0,866), la valeur de l'extrait est de 0 °B jusqu'à un ratio calices/eau d'environ 4,33 % (correspondant à - 0,741). Cet extrait augmente par la suite pour atteindre une valeur de 11,11 °B à un ratio calices/eau de 20 % (correspondant à 1). En effet, la macération des calices dans l'eau, permettrait la dissolution des sucres et autres éléments soluble, enrichissant ainsi le jus d'extrait. Le ratio calices/eau, dans sa forme linéaire (X₁) et

quadratique (X_1^2), a un impact significatif sur l'extrait des jus de « Foléré », soient des probabilités de 0,000 et 0,002 respectivement (tableau 4). Les contributions sont en effet de 43 % et 19 % respectivement pour X_1 et X_1^2 (fig.4A).

La figure 3B présente l'influence du temps de macération (X_2) sur l'extrait des jus de « Foléré ». On constate qu'au ratio calices/eau minimal soit 2 % (correspondant à -1), la valeur de l'extrait est de 0 °B jusqu'à un temps de macération d'environ 16 min (correspondant à -0,740). Cet extrait augmente par la suite pour atteindre un plateau à 3,78 °B pour un temps de macération de 90 min (correspondant à 0,866). En effet, une macération prolongée permettrait une diffusion des sucres et autres substances solubles dans le jus via le phénomène d'osmose, conduisant ainsi à une augmentation de l'extrait des jus (fig.3B). Le plateau étant atteint, toute possibilité d'augmentation supplémentaire d'extrait passerait par une modification des conditions de travail comme, une augmentation de la température de macération. D'après le modèle mathématique, dans sa forme linéaire (X_2) et quadratique (X_2^2), le temps de macération a un impact significatif sur la turbidité des jus de « Foléré », soient des probabilités de 0,006 et 0,007 respectivement (tableau 4). Les contributions sont en effet de 10 % et 14 % respectivement pour X_2 et X_2^2 (fig.2A).

L'interaction (X_1X_2) a un impact sur l'extrait des jus. En effet, on part de 0 °B (pour un ratio calices/eau et temps de macération respectif de 4,33 % et 10 min) à environ 12 °B (pour un ratio calices/eau et temps de macération respectif de 20 % et 41 min). Ceci se justifierait par le fait que le rapport calices/eau combiné à un temps de de macération prolongé contribue à une diffusion des sucres et autres extraits solubles présents dans les calices (fig.4B). Selon le modèle mathématique, l'interaction (X_1X_2) a un impact significatif sur l'extrait des jus de « Foléré », soit une probabilité de 0,018 (tableau 4). Sa contribution est en effet de 20 % (fig.4A).

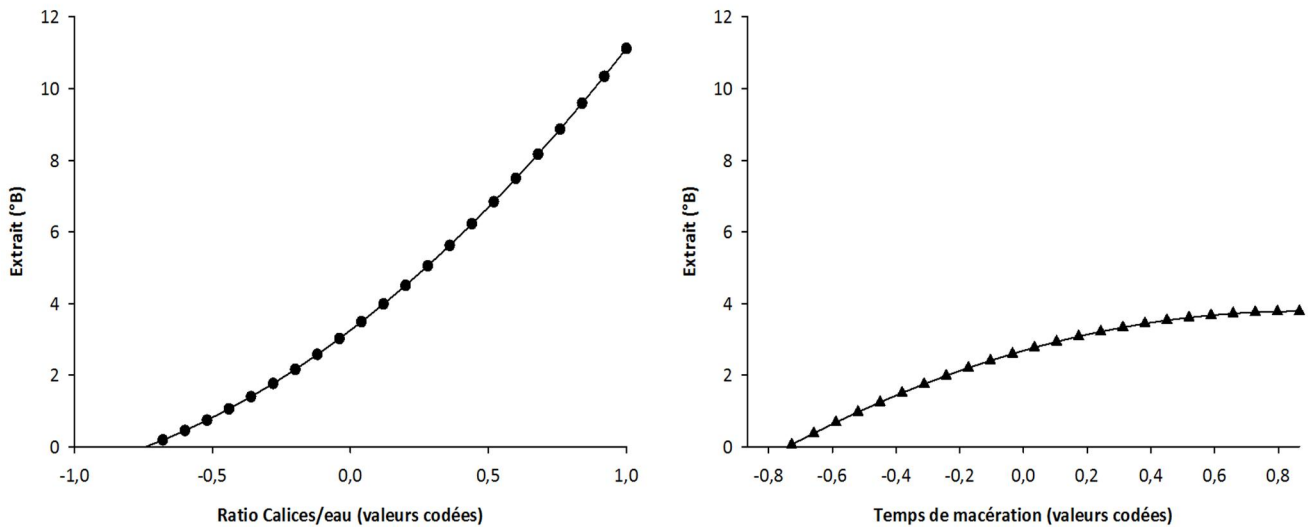


Fig. 3. A : Effet du ratio calices/eau sur l'extrait des jus de « Foléré ». B : Effet du temps de macération sur l'extrait des jus de « Foléré ».

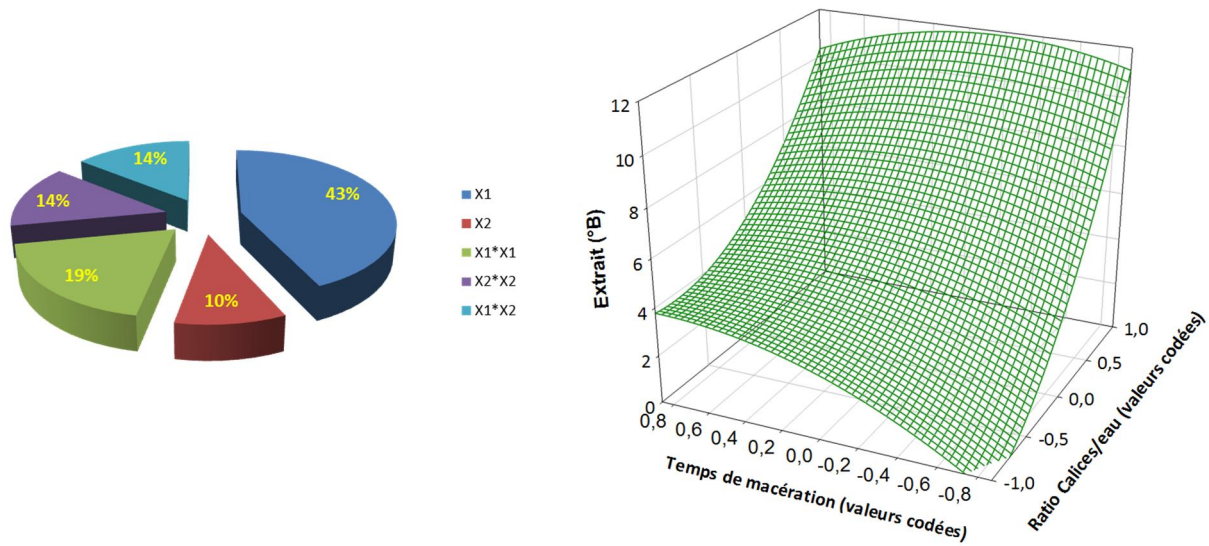


Fig. 4. A : Contribution des facteurs sur l'extrait des jus de « Foléré ». B : Impact de l'interaction (X_1, X_2) sur l'extrait des jus de « Foléré »

6.2 OPTIMISATION

La figure 5 présente la superposition des courbes de turbidité et d'extrait. Pour respecter le cahier de charges (turbidité ≤ 200 NTU et extrait ≥ 6 °B), il faudrait que toutes les combinaisons des facteurs tombent dans la zone hachurée.

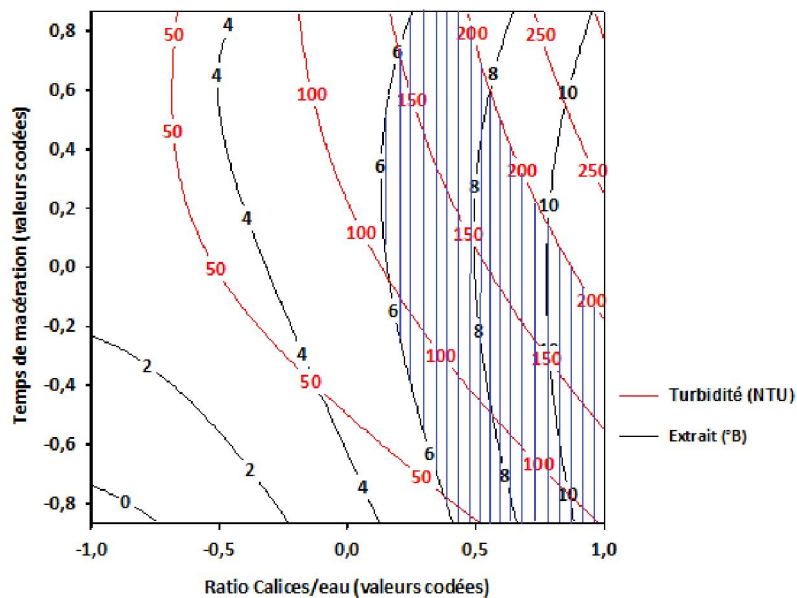


Fig. 5. Optimisation de l'extrait et de la turbidité des jus de « Foléré »

7 CONCLUSION

L'objectif du travail était d'optimiser les caractéristiques physicochimiques des jus de « Foléré ». Ainsi, au terme de ce travail, on constate que l'extrait et la turbidité des jus respectent un modèle du second degré avec interaction et que, le ratio calices/eau et le temps de macération ont un impact significatif sur la qualité finale du jus obtenu. Il est également possible à la fin de ces travaux, de définir des conditions permettant d'extraire les jus les moins troubles possibles mais ayant l'extrait le plus élevé possible, éléments important pour la qualité des jus. Il serait néanmoins intéressant entre autres pour compléter le travail, d'optimiser les conditions de séchage des calices avant extraction.

REFERENCES

- [1] L. W. Morton, C. R. Abu-Amsha, I. B. Puddey, and K. D. Croft, "Chemistry and biological effects of dietary phenolic compounds: Relevance to cardiovascular diseases," *Clin. Exp. Pharmacol. Physiol.*, vol. 27, pp. 152-159, 2000.
- [2] C. C. Chen, F. P. Chou, and Y. V. Ho, "Inhibitory effects of *Hibiscus sabdariffa* L. extract on low density lipoprotein oxidation and antihyperlipidemia in fructose-fed and cholesterol-fed rats," *J. Sci. Food Agric.*, vol. 84, pp. 1989-1996, 2004.
- [3] O. Carvajal-Zarrabal, S. M. Waliszewski, and D. M. Barraddas-dermitz, "The consumption of *Hibiscus sabdariffa* dried calyx ethanolic extract reduced lipid profile in rats," *Plant Foods Hum. Nutr.*, vol. 60, pp. 153-159, 2005.
- [4] V. Hirunpanich, A. Utaipat, and N. P. Morales, "Hypocholesteromic and antioxidant effects of aqueous extracts from the dried calyx of *Hibiscus sabdariffa* L. in hypercholesteromic rats," *J. Ethnopharmacol.*, vol. 103, pp. 252-260, 2006.
- [5] A. Ologundudu, A. O. Ologundudu, I. A. Ololade, and F. O. Obi, "Effect of *Hibiscus sabdariffa* anthocyanins on 2,4-dinitrophenylhydrazine-induced hematotoxicity in rabbits," *Afr. J. Biochem. Res.*, vol. 3, pp. 140-144, 2009.
- [6] C. T. Du and F. J. Francis, "Anthocyanins of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)," *J. Food Sci.*, vol. 38, p. 818, 1973.
- [7] P. K. Wong, S. Yusof, H. M. Ghazali, and Y. B. C. Man, "Physico-chemical characteristics of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)," *J. Nutr. Food Sci.*, vol. 32, pp. 68-73, 2002.
- [8] D. P. Folefack, C. Njomaha, and D. R. Djouldé, "Diagnostic du système de production et de commercialisation du jus d'oseille de Guinée dans la ville de Maroua," *Tropicicultura*, vol. 26, pp. 211-215, 2008.
- [9] Z. S. C. Desobgo, E. J. Nso, and D. Tenin, "The response surface methodology as a reliable tool for evaluating the need of commercial mashing enzymes for alleviating the levels of reducing sugars of worts of malted sorghum: case of the *Safrari* cultivar," *Journal of Brewing and Distilling*, vol. 2, pp. 5-15, 2011.
- [10] Z. S. C. Desobgo, E. J. Nso, and D. Tenin, "Use of response surface methodology for optimizing the action of mashing enzymes on wort reducing sugars of the *Madjeru* sorghum cultivar," *African Journal of Food Science*, vol. 5, pp. 91-99, 2011.
- [11] Z. S. C. Desobgo, E. J. Nso, and D. Tenin, "Modeling the action of technical mashing enzymes on extracts and free-amino nitrogen yields of the *Madjeru* sorghum cultivar," *Journal of Brewing and Distilling*, vol. 2, pp. 29-44, 2011.
- [12] Z. S. C. Desobgo, E. J. Nso, and D. Tenin, "Optimisation of the Action of Commercial Mashing Enzymes on Wort Extracts and Free Amino Nitrogen of the *Safrari* Sorghum Cultivar," *Technical Quarterly Master Brewers Association of the Americas*, vol. 48, pp. 77-86, 2011.
- [13] Z. S. C. Desobgo, E. J. Nso, D. Tenin, and G. J. Kayem, "Modelling and optimizing of mashing enzymes-effect on yield of filtrate of unmalted sorghum by use of response surface methodology," *Journal of the Institute of Brewing*, vol. 116, pp. 62-69, 2010.
- [14] D. Mathieu, D. Feneuille, and R. Phan-Tan-Luu, "Méthodologie de la recherche expérimentale: Etude des surfaces de réponse," Laboratoire de Prospective Reactionnelle et d'Analyse de l'Information, IUT de l'Université d'Aix-Marseille, Marseille, 1977.
- [15] M. Giovanni, "Response surface methodology and product optimization," *Food Technology*, vol. 37, pp. 41-45, 1983.
- [16] J. Goupy and L. Creighton, *Introduction aux plans d'expériences*, 3 ed. Paris: Dunod, 2006.
- [17] D. Baş and I. H. Boyac, "Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology," *Journal of Food Engineering*, vol. 78, pp. 836-845, 2007.
- [18] T. Ross, "Indices for performance evaluation of predictive models in food microbiology," *Journal of Applied Bacteriology*, vol. 81, pp. 501-508, 1996.
- [19] R. H. Myers and D. C. Montgomery, *Response surface methodology: Process and product optimization using designed experiments*. New York: John Wiley & Sons, 1995.
- [20] P. Dalgaard and L. V. Jorgensen, "Predicted and observed growth of *Listeria monocytogenes* in seafood challenge tests and in naturally contaminated cold smoked salmon," *International Journal of Food Microbiology*, vol. 40, pp. 105 - 115, 1998.