Soumis le : 30/07/2017

Forme révisée acceptée le : 31/05/2018

Auteur correspondant: naimazaki24@yahoo.fr



Nature & Technology

http://www.univ-chlef.dz/revuenatec

Caractéristiques physicochimiques, nutritionnelles et antioxydantes du paprika produit par procédé semi-industriel à partir de la Niora (*Capsicum annuum* L.) cultivée dans trois régions Marocaines

Naima ZAKI^a, Aziz HASIB^{b,*}, Fatima DEHBI^b, Hicham EL BATAL^b, Abdelmalek HAKMAOUI^d, Hasna MEFTAH^c, Hafida HANINE^c, Hassan LATRACHE^c, Aziz OUATMANE^a

^a Laboratoire Agro-Ressource, Bioénergie et Environnement, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Maroc
 ^b Laboratoire des Procédés Agro-Industriels et Environnementaux, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Maroc
 ^c Laboratoire des Bioprocédés et Biointerfaces, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Maroc
 ^d CHU Mohamed 6, Marrakech, Maroc

Résumé

Le procédé de production du paprika à partir de la Niora (*Capsicum annuum* L.) au Maroc consiste essentiellement en une récolte manuelle des fruits en pleine maturité, en un séchage traditionnel au soleil et en un broyage dans des unités de transformation traditionnelles et se termine par un huilage (l'enlèvement du pédoncule est facultatif). Les détails concernant les opérations de transformation sont rapportés. Dans un deuxième volet une étude comparative de la qualité du paprika provenant de trois régions productrices de l'épice au Maroc a été abordée à travers l'analyse de leurs paramètres physico-chimiques et nutritionnels, de leur composition en métabolites secondaires et de leur pouvoir antioxydant. Les paprikas des 3 provenances ont montré des valeurs d'ASTA qui variaient de 104 à144 Unités. Les principaux acides gras composant le paprika sont l'acide linoléique, l'acide palmitique et l'acide oléique. En matière de composition minérale, les paprikas issus des 3 régions sont riches en potassium, en magnésium et relativement pauvre en sodium. Le paprika d'El Kalâa des Sraghna a montré les valeurs les plus élevées en capsaicinoïdes totaux (184,97 mg/kg PS). Les meilleures capacités antioxydantes ont été obtenues par le paprika du Tadla (IC50 de 260 µg/ml pour le test de DPPH et de 43,03 µg/ml pour le test d'ABTS).

Mots clés: Production, Caractérisation Physico-Chimique et Biochimique, Activité Antioxydante, Capsaicinoides, Pigments, Paprika.

Abstract

The traditional method of Moroccan paprika processing consists in manual harvesting the fruit in full ripe stage, sun drying, crushing in traditional processing units and oiling (removing the peduncle and seeds is optional). The details about the paprika processing operations are reported. In a second part, a comparative study of the quality of paprika from three spice-producing regions in Morocco was undertaken by analyzing their physicochemical, nutritional and bioactive constituents and their antioxidant activity. The paprika of the three provenances showed values of ASTA which varied from 104 to 144 Units. The main fatty acids components of paprika are linoleic acid, palmitic acid and oleic acid. In terms of mineral composition, paprika from the three regions is rich in potassium, magnesium and relatively poor in sodium. El Kalâa des Sraghna paprika showed the highest total capsaicinoid values (184.97 mg/kg DW). The best antioxidant capacity was obtained by Tadla paprika (IC50= 260 µg/ml for the DPPH test and 43.03 µg/ml for the ABTS test).

Keywords: Production, Physico-Chemical and Biochemical characterization, Antioxidant activity, Capsaicinoids, Pigments, Paprika...

1. Introduction

Le piment est l'un des légumes les plus consommés dans le monde. Son importance tient des différents usages dont il est l'objet [1]. Il occupe une place importante dans la culture humaine depuis la préhistoire dans de nombreux pays. Il est à l'origine d'un condiment important de haute valeur commerciale et médicinale qui présente des propriétés antioxydantes, anti-cancéreuses et de nombreuses autres propriétés [2].

Le paprika, produit des fruits déshydratés au sol de l'espèce Capsicum annuum L., est l'un des plus anciens et des plus importants colorants alimentaires naturels largement utilisés en raison de sa forte teneur en caroténoïdes [3]. Il présente une valeur nutritive élevée et il constitue une source très riche en composés bioactifs comme la vitamine C, B et E, les polyphénols, les chlorophylles, les caroténoïdes et les sucres [4]. Il contient aussi de nombreux produits chimiques, y compris l'eau, les acides gras, les huiles essentielles, les capsaicinoïdes, la résine, les protéines, les fibres et les éléments minéraux [5]. Beaucoup de ces produits chimiques ont une importance pour la valeur nutritive, le goût, la couleur et l'arôme. Les deux groupes de produits chimiques les plus importants trouvés dans les piments sont les caroténoïdes et les capsaicinoïdes [6]. Bien que la production de la niora soit principalement destinée à une valorisation alimentaire de part sa diversité et la qualité de sa composition nutritionnelle, son utilisation pour des applications industrielles s'accentue. La valeur commerciale du paprika dépend principalement de sa coloration rouge [7]. En plus de sa capacité de coloration, les caroténoïdes présentent des propriétés biologiques importantes, comme étant des antioxydants et capteurs de radicaux libres qui réduisent le risque de cancer. Certains d'entre eux (β-carotène, cryptoxanthine, etc.) ont également une activité de provitamine A. Plusieurs facteurs affectent la teneur en caroténoïdes à savoir le stade de maturité, la variété, la diversité génétique du piment rouge, les techniques culturales, le processus de transformation (la lumière, la chaleur et les réactions d'oxydations [8].

Au Maroc, les piments en général et la niora en particulier présente une grande valeur socio-économique. Le rendement moyen de la culture est encore en dessous du potentiel requis. Le secteur se heurte à un certain nombre de contraintes d'ordre technique et commercial qui entravent les bons rendements en termes de quantité et de qualité. Par conséquent, la valorisation du produit et sa promotion en tant que produit industriel, et aussi de terroir

pour la région est fortement souhaité et s'impose avec rigueur.

L'objectif de cette étude est de rapporter le procédé de transformation de la niora (*Capsicum annuum L.*) cultivée au Maroc pour l'obtention de l'épice paprika d'une part, et d'évaluer les paramètres physicochimiques, nutritionnels, et phytochimiques du paprika issue de 3 régions du Maroc (Tadla, El Kalâa des Sraghna et El Gharb) d'autre part.

2. Matériel et méthodes

2.1. Méthode d'obtention du paprika

2.1.1. Production

La figure 1 présente les principales étapes du procédé traditionnel de production de la poudre de paprika. La première étape est la préparation appropriée des terres de culture qui est suivie, selon le mode de production choisi, d'un repiquage des plants. La production des plants a lieu entre fin février et début avril [9]. Les plants sont repiqués en pleine terre à la main au début avril. Chaque producteur sélectionne les graines issues des plus beaux fruits de sa récolte. Ce mode de production basé sur la sélection fermière est pratiqué dans toutes les régions et distingue cette filière. En février, les graines de piment sont mises en germination. La température optimale de germination se situe entre 20 et 22° C. Il faudra attendre une quinzaine de jours pour que le piment atteigne le stade de 2 cotylédons. La période de production de plants en pépinière est d'environ 60 à 70 jours. La culture exige des opérations manuelles, mécaniques et chimiques, nécessaires au développement optimal des plantes: irrigation, fertilisation, binage, traitements phytosanitaires etc....

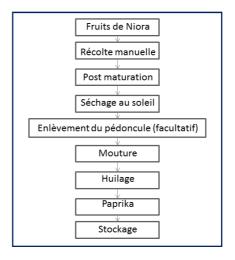


Figure 1. Procédé traditionnel de production de paprika

2.1.2. Récolte

Lorsqu'il atteint sa taille finale, les fruits de piment se colorent en rouge. La période de récolte des fruits à maturité se fait à la main de manière échelonnée de fin août jusqu'au 30 Décembre. Elle s'effectue en plusieurs fois au fur et à mesure que les fruits arrivent à maturité après avoir atteint leur intensité maximale de coloration. Ce qui indique une forte teneur en pigments naturels et une faible teneur en eau. La déshydratation partielle des fruits sur les plantes est recommandée car la stabilité des couleurs dans le paprika est meilleure lorsque la récolte est tardive. Les caractéristiques agronomiques des fruits de Capsicum annuum L. cultivés dans la région de Tadla-Azilal sont données dans le tableau 1.

Tableau 1. Caractéristiques agronomiques des fruits de Capsicum annuum L. cultivés dans la région de Tadla-Azilal [10]

| Paramètre | Moyenne |
|-----------------------------|----------------|
| Pourcentage de grains | 14 à 44 % |
| Longueur du pédoncule | 1,96 à 5,73 cm |
| Poids frais du fruit | 5,14 à 26,23 g |
| Poids sec du fruit | 1,32 à 3,82 g |
| Nombre de graines par fruit | 114 à 266 |
| Densité des fruits | 0,38 à 0,62 |

2.1.3. Post maturation

Les gousses récoltées sont entreposées dans un endroit bien aéré en amas pour subir une post maturation pendant une période de 3 jours. La post-maturation des fruits contribue au développement d'autres propriétés intrinsèques déterminantes pour la qualité du paprika. Pendant la postmaturation, à côté de la dessiccation des fruits (perte d'eau) s'opère une réduction de la teneur en sucres, mais toujours de telle sorte que les résidus garantissent la saveur caractéristique des fruits. Parallèlement. l'augmentation du taux de pigments rouges, la teneur totale en pigments augmente de 30 à 50 % [11].

2.1.4. Séchage

Le séchage du paprika se fait selon la méthode traditionnelle de séchage à l'air libre en raison de son faible coût. Les fruits du niora sont étalés sur le sol, laissés sous exposition au soleil pendant 5-7 jours. À la fin du séchage, la teneur en eau des gousses de paprika passe d'environ 80 à moins de 10 %. La coquille obtenue par séchage au soleil est douce au toucher et légèrement élastique. Le processus

de séchage aboutit à un produit déshydraté avec une composition d'environ 8%, 33 % et 58,5 % respectivement pour le pédoncule, les semences et la coquille [12]. L'opération de séchage peut prendre jusqu'à 15 jours selon d'ensoleillement et les conditions météorologiques. Environ 25-35 kg de poudre de paprika peuvent être produits à partir de 100 kg de fruits frais [13]. Le paprika obtenu par le séchage au soleil a des caractéristiques lumineuses rouges contrairement aux autres obtenus dans des séchoirs à air chaud [15].

D'autres alternatives de séchage sont utilisées dans d'autres pays comme le séchage au soleil sous des serres en plastique, le séchage à la fumée qui donne un arôme et un goût très apprécié par le consommateur et le séchage par des séchoirs [15]. Cette dernière technique consiste à utiliser des séchoirs solaires indirects qui permettent de contrôler les conditions de l'air asséchant et assurent une meilleure qualité du produit séché en peu de temps, à moindre coût et à basse consommation d'énergie [16]. Les températures de séchage doivent rester inférieures à 60° C et l'opération se poursuit jusqu'à ce qu'une teneur en eau soit inférieure à 10 % tout en conservant la couleur et la composition en capsaicinoïdes [14].

2.1.5. Mouture

Au Maroc, selon la demande du client, soit que les fruits complets de niora séchés sont broyés dans des unités de transformation pour avoir des particules de moins de 0,5 mm, soit que le pédoncule est enlevé et le reste est broyé [9]. Dans d'autres pays producteurs de l'épice paprika, on assiste à l'enlèvement dès le début du pédoncule et l'addition des graines est contrôlée puisque leur pourcentage dans les fruits est variable de 10 à 40%. Les gousses séchées sont moulues dans des meules horizontales à réglage fin pour obtenir la poudre de paprika. L'importance de la mouture dans des meules réside dans le fait que lors du passage entre ces dernières, le paprika s'échauffe et que cet échauffement couplé au broyage provoque l'extraction de l'huile contenue dans les graines et la dissolution des pigments liposolubles de la pulpe qui vont enrober les particules végétales de paprika et leur donner ainsi une couleur uniforme. Après la mouture, le paprika en poudre est étalé pendant une nuit dans une chambre fraîche où il pouvait absorber la quantité d'eau appropriée. La technique actuelle utilisée pour le conditionnement du paprika se fonde sur cette méthode de traitement traditionnelle employée par les paysans. À la fin de la mouture, le produit doit passer à travers un tamis d'une ouverture de ≤ 0.5 mm et être emballé suivant des

méthodes et dans des matériaux répondant aux exigences en matière d'hygiène alimentaire. Selon la demande du client, soit que cette poudre est délivrée telle qu'elle après le broyage soit qu'elle est additionnée d'huile. Cette opération d'addition d'huile réduit son oxydation et ceci en diminuant la surface exposée à l'air. Cela lui confère également la brillance et on aboutit à une agglomération des particules fines de paprika. Toutefois, des études antérieures ont montré que des quantités d'huile entre 2 % et 6 % sont suffisantes pour garantir une meilleure stabilisation des couleurs de paprika. Cependant, dans la région Tadla-Azilal, la quantité d'huile ajoutée par les transformateurs varie entre 18 % et 37%, selon la période de transformation. L'élimination complète des graines diminuerait la capacité antioxydante du paprika en éliminant les tocophérols composant les semences et ne laisse que ceux existant dans la coquille [17] et de l'acide ascorbique, ainsi que l'acide citrique, la lécithine et la céphaline. Ces derniers composés exercent des effets synergiques de pouvoir séquestrant des métaux avec d'autres antioxydants. Ils maintiennent également la stabilité de la coloration [18]. L'ajout de semences à la chair de poivron rouge avant le broyage et le stockage sous atmosphère d'azote a également ralenti le taux d'oxydation des caroténoïdes dans le paprika [18]. Le produit final obtenu peut présenter des couleurs différentes (Fig. 2) du jaune au rouge suivant les exigences du client.



Figure 2. Différentes poudres de paprika produites dans la région du Tadla

2.2. Détermination des caractéristiques physicochimiques, nutritionnelles et antioxydantes du paprika

2.2.1. Préparation de l'échantillon

Les échantillons de paprika produit dans les régions Tadla, El Kalâa des Sraghna et El Gharb ont été recueillis de manière aléatoire. Les fruits de niora ont été récoltés en 2010. Des échantillons de poudre de paprika dérivés de la niora (Capsicum annuum L.) ont été obtenus selon le procédé de transformation décrit précédemment qui comprend essentiellement le séchage, le broyage et la mouture. Les prélèvements d'échantillons ont été effectués au mois de novembre. Les échantillons ont été pris durant la première semaine sans ajout d'huile et ont été mélangés et emballés séparément. Les échantillons emballés ont été transportés au laboratoire où ils ont été stockés dans des bocaux fermés hermétiquement dans l'obscurité et au froid (4° C) jusqu'à l'analyse. Toutes les analyses ont été effectuées en utilisant des produits chimiques et réactifs de qualité analytique.

2.2.2. Paramètres physico-chimiques

Le pH a été déterminé selon la méthode de l'AOAC [19]. L'Humidité des échantillons a été analysée selon la méthode AOAC officielle 925,05 [19]. La teneur totale en cendres des échantillons a été déterminée selon la méthode AOAC officielle 941,12 [19]. Les échantillons ont été incinérés dans un four à moufle à 525° C pendant 24 h. Les cendres ont été quantifiées par gravimétrie. L'ASTA de la poudre de paprika a été déterminée selon la méthode AOAC officielle 971,26 [19], avec une légère modification. Des échantillons (0,1 g) ont été extraits avec 20 ml d'acétone pendant 3 heures sous agitation. Ensuite, l'extrait a été dilué au 1/5 avec l'acétone. L'absorbance de l'extrait dilué a été mesurée par rapport à l'acétone à 460 nm par spectrophotomètre. La couleur extractible des échantillons a été exprimée en unités ASTA:

$$ASTA = Absorbance \times 16.4 \times DEVF / poids$$
 (1)

où DEVF est le facteur de déviation du spectrophotomètre, qui a été calculé en divisant l'absorbance théorique par l'absorbance de la coloration de la solution standard $(0,001 \text{M K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ et } 0,09\text{M (NH}_4)_2\text{Co (SO}_4)_2. 6\text{H}_2\text{O} \text{ dans } 1,8 \text{ M H}_2\text{SO}_4)$ à 460 nm.

La couleur des produits chimiques (Tint) ou le quotient de la densité optique entre les caroténoïdes jaunes et rouges (R / Y) a été déterminée en divisant l'absorption à 470 nm

sur l'absorption à 455 nm des extraits de chacun des échantillons dans l'acétone [20]. Pour mesurer la couleur de surface de la poudre de paprika, un chromamètre CR-300 (Minolta, Osaka, Japon) a été utilisé. Une boîte de Pétri en verre contenant les échantillons a été placée au-dessous de la source de lumière. Les paramètres L, a et b les valeurs de chaque échantillon ont été déterminées en trois exemplaires. La chrominance C et l'angle Hue (h°) ont été montrés pour avoir des mesures plus pratiques de la couleur d'un point de vue sensoriel humain [21]. Deux paramètres ont été calculés : C = (a2 + b2) 1/2 et h° = arctang(b/a).

2.2.3. Composition nutritionnelle

La teneur en sucre est déterminée selon la méthode de Bertrand [22]. L'azote total a été déterminé par la méthode de Kjeldahl en utilisant un facteur protéique de 6,25 [23]. La teneur en fibres totaux a été déterminée selon la méthode AOAC 982,29 [24]. La teneur en lipides totaux a été analysée par gravimétrie après extraction par Soxhlet selon la méthode AOAC n° 960,39 [19]. La composition en acides gras de l'huile a été déterminée dans un mélange de sous-échantillons de la suite de trois répétitions de la norme européenne ISO 12966,2011 [25]. La vitamine C a été déterminée selon la méthode de Benderitter et ses collaborateurs [26]. Les hydrates de carbone ont été calculés par différence avec les lipides, les protéines et les fibres totaux. Le contenu énergétique de la poudre de paprika a été calculé par la sommation des valeurs obtenues pour les protéines, les carbohydrates et les lipides totaux multipliés par 4,00; 3,75; et 9,00, respectivement [27]. Les résultats définitifs ont été multipliés par 4,1868 pour exprimer la teneur en énergie en kJ.

Le contenu en capsaicinoïdes a été déterminé selon la technique décrite par Collins et al [28]. Les résultats ont été convertis en indice de scoville (SHV) en multipliant la teneur de chaque capsaicinoïde individuel (mg/kg du poids sec de paprika) par le coefficient de la valeur du degré de brulure établi pour chaque composé. Ces coefficients sont de 9,3 pour nordihydrocapsaïcine (NDHCAPS) et 16,1 pour la capsaïcine (CAPS) et la dihydrocapsaïcine (DHCAPS) [29].

SHV =
$$[CAPS + DHCAPS] \times 16.1 + [NDHCAPS \times 9.3]$$

L'analyse minérale de la poudre de paprika a été déterminée selon la méthode d'Osborne et Voogt [30]. Le Fer, le zinc, le magnésium, le cuivre, le cadmium et le plomb ont été déterminés à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique en utilisant un UNICAM 929 AA

Spectrometer (« ATIUNICAM »). Le calcium, le potassium et le sodium ont été déterminés à l'aide d'un spectrophotomètre à flamme. Le phosphore a été déterminé par la méthode de réduction du phosphomolybdate d'ammonium par le vanadate d'ammonium [31].

2.2.4. Effet antioxydant

2.2.4.1. Préparation de l'extrait méthanolique

L'extrait méthanolique de paprika a été obtenu par mélange de 1g de poudre paprika avec 10 ml de méthanol/eau (80:20) par agitation magnétique pendant 30 min et macération à température ambiante pendant 24 heures. Après filtration et centrifugation, le surnageant est concentré à l'aide d'un rotavapeur à une température de 35° C et une pression de 70 mbar [32]. Ensuite l'extrait est ajusté à une concentration de 1 mg/ml puis conservé à 4° C jusqu'à l'analyse.

2.2.4.2. Dosage des flavonoides totaux.

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée en utilisant la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium [33]. Le contenu en flavonoïdes a été déterminé à partir de la courbe d'étalonnage de la quercétine. Les flavonoïdes totaux sont exprimés en mg de quercétine par 100g de poids sec de paprika.

2.2.4.3. Dosage des flavonols

Les flavonols ont été dosés par la méthode de Kumaran et Joel [34]. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de rutine par 100 g de poids sec de paprika.

2.2.4.4. Evaluation de l'activité antioxydante

Test de piégeage du radical libre DPPH: L'activité antioxydante est basée sur la réduction de l'absorbance à 517 nm lorsqu'un radical libre stable de 2,2-diphénylpicrylhydrazyl (DPPH) est réduit [35]. Les résultats ont été exprimés en pourcentage d'inhibition (I%).

I% = [(Abs contrôle - Abs test) / Abs contrôle] x 100

La concentration d'extrait réduisant 50 % de DPPH (IC50) a été déterminée graphiquement par la régression linéaire à partir de la courbe donnant l'AAR en fonction de la concentration de l'extrait.

Test d'ABTS: Elle est basée sur la décoloration d'un cation radicalaire stable ABTS*+ (2,2'-azynobis-[3ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid]) **ABTS**

présence de composés antiradicalaires à 734 nm [36]. Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition (I%).

I % = $[(Abs contrôle - Abs test) / Abs contrôle] \times 100$

La concentration d'extrait réduisant 50 % d'ABTS (IC50) a été déterminée graphiquement par la régression linéaire à partir de la courbe donnant l'AAR en fonction de la concentration d'extrait.

2.2.5. Analyse statistique

L'Analyse de la variance des données pour chaque paramètre analysé a été faite en utilisant le logiciel SPSS version 10,0. Le test de Duncan à un niveau de probabilité de 5 % a été utilisé pour tester les différences entre les valeurs moyennes.

3. Résultats & Discussion

3.1. Paramètre physico-chimiques :

Les caractéristiques physicochimiques du paprika étudiées sont illustrées dans le tableau 2. Le paprika produit dans les 3 régions présente un pH moyen qui varie de 4,85 à 6,25. Les mêmes niveaux de pH ont été obtenus par Rico et ses collaborateurs [37]. Les teneurs en cendres sont de 6,43 %, 7,92 et 6,86 % respectivement pour le paprika issu de Tadla, El Kalâa des Sraghna et El Gharb. Cette teneur est légèrement supérieure au taux indiqué par la FAO [38], mais inférieure à la valeur maximale (10%) permise par ISO 7540 standard [39]. Toutefois, la teneur en humidité varie de 8,1 à 10,03 et elle est inférieure à celle indiquée par la FAO [38] qui est de 13,4 % pour les piments séchés. La poudre de paprika présentant des valeurs d'humidité de moins de 11 % est acceptable pour le marché, ceci pour assurer son stockage sans moisissures [40]. D'autre part, la teneur en humidité du paprika est très importante parce qu'elle est fortement corrélée à la stabilité de l'acide ascorbique et des pigments. La teneur en humidité du piment séché variait de 10 à 14%. Avec ces valeurs d'humidité, la dégradation de la coloration sera retardée [41]. Toutefois, une humidité inférieure à 4 % entraine une perte excessive de la coloration.

Tableau 2. Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de paprika.

| Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|--------------|--------------------|-------------------------|--------------------|
| рН | $6,\!25\pm0,\!41a$ | $4,\!85\pm0,\!23c$ | $5,07 \pm 0,32b$ |
| Humidité (%) | $10,03 \pm 0,40a$ | $8,21 \pm 0,09b$ | $8{,}10\pm0{,}10b$ |
| Cendres (%) | $6,43 \pm 0,20c$ | $7,92 \pm 0,02a$ | $6,86 \pm 0,02b$ |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

3.2. La Coloration

La coloration est le paramètre prépondérant de qualité des piments et leurs dérivés. Plus de 30 pigments différents ont été identifiés dans les fruits de piment [42] dont les plus importantes sont la capsanthine, la capsorubine et la cryptocapsine qui sont spécifiques aux fruits de *Capsicum annuum* L [43]. Dans cette étude, la méthode ASTA 20 et les valeurs des paramètres L* a* b* ont été utilisées respectivement pour caractériser la couleur extractible des poudres de piment et la coloration de surface (Tableau 3).

La couleur extractible moyenne pour les différents échantillons analysés est de 144, 115, 104 Unités d'ASTA respectivement pour les paprikas de Tadla, El Gharb et El Kalâa des Sraghna. Des résultats similaires ont été obtenus pour le paprika de Serbie [44] ; le paprika d'Espagne [45] (91 à 150 unités ASTA). Pour le paprika de Hongrie, des valeurs d'ASTA de 65 à 124 unités ASTA ont été rapportées [46]. Ce paramètre est considéré acceptable pour toute utilisation industrielle et culinaire. Comme il a été signalé précédemment, la coloration de la poudre de tributaire de plusieurs paramètres paprika est principalement la teneur en huile et celle de l'eau. Les paramètres de transformation et de post transformation (régime et température de séchage, les conditions de broyage, les dimensions des particules, le stockage, le rapport péricarpe / calice / semences) sont également parmi les facteurs qui influencent la couleur de paprika moulu. Le paramètre ASTA varie d'une année à une autre selon l'origine géographique du piment [47]. Étant donné que le paprika est utilisé comme colorant alimentaire pour des fins industrielles et culinaires, l'intensité de la couleur rouge est considérée comme le plus important attribut de ce produit [48].

Les paramètres de la coloration de surface des paprikas étudiés et le rapport des pigments rouges et jaunes sont illustrés dans le tableau 3. Les résultats obtenus n'ont pas montré de différences significatives entre les différents paprikas. Il en est de même pour la teinte traduisant le rapport des pigments rouges et jaunes. La valeur moyenne de a* qui contribue à la coloration rouge varie de 24,89 à

28,64. Pour le paramètre b* qui contribue à la coloration jaune, les valeurs obtenues varient de 29,77 à 33,34. La valeur du paramètre L varie de 24,56 à 27,01. Dans la pratique, ces 2 paramètres de mesure de la coloration ne sont pas utilisés par les transformateurs et les industriels et c'est l'ASTA qui est la technique standard la plus utilisée par l'industrie des épices en plus de l'observation des défauts de la poudre visuellement.

3.3. Composition nutritionnelle

La composition nutritionnelle approximative de l'épice paprika produite au Maroc est donnée dans le tableau 4. Les carbohydrates, les protéines, les lipides et les fibres sont les constituants majeurs. Les mêmes constatations ont été rapportées par la FAO [38]. Les piments produits au Tadla contiennent 20, 72 % de protéines, 8,37 de lipides, 54,82 % de carbohydrates, 36,33 % de fibres et 8,82 % de sucres réducteurs totaux. Pour ces derniers, des valeurs proches (10, 35%) ont été rapportées par National Nutrient Database (USDA, 2009) [49]. Pour les lipides, les résultats obtenus sont légèrement supérieurs à ceux obtenus pour le paprika du Cameroun [50]. Toutefois, ils sont inférieurs à ceux cités dans la littérature qui sont de 12 % à 22 % [51]. En comparant nos résultats avec ceux rapportés par la FAO, le paprika présente des valeurs plus élevées en protéines et en fibres totaux et possède la même valeur d'hydrate de carbone. La valeur énergétique des différents paprikas varie de 1480 à 1516 kJ/100 g PS. La FAO fait état d'une valeur d'environ 1385,83 kJ/100 g PS [38]. Les différences de composition observées entre les différentes études sur le paprika peuvent être liées à plusieurs facteurs à savoir : le cultivar, les conditions de croissance, le stade de maturité du fruit et d'autres changements pouvant se produire au

cours de la transformation des piments et pendant le stockage [6].

Les concentrations de vitamine C dans le paprika du Tadla est de 1680,3 mg 100 g⁻¹ de poids sec. Ces résultats sont en adéquation avec ceux (1987,25 mg/100 g de PS) obtenus par Kim et ses collaborateurs [52]. Les paprikas issus d'El Kalâa des Sraghna et d'El Gharb ont montré des teneurs de vitamine C de l'ordre de 1423 et 1224 mg 100 g PS. Des génotypes de piment récoltés au stade rouge ont présenté des teneurs de vitamine C qui variaient de 647 à 2135 mg 100 g PS [53]. La teneur en vitamine C variait en fonction du stade de récolte. Les teneurs variaient de 98 à 1616 mg/100 g et de 905 à 2254 mg/100 g respectivement au stade vert et au stade mûr après séchage traditionnel au soleil [54]. La vitamine C atteint des teneurs de 340 mg/100 g chez certaines variétés de piments [55]. Ainsi, une grande variation dans les taux de vitamine C a été notée chez les cultivars de capsicum.

Huit acides gras différents ont été identifiés (tableau 5). Les principaux acides gras accumulés dans le paprika sont l'acide linoléique (18:2), l'acide palmitique (16:0), oléique (18:1) et linolénique (18:3). Ils représentaient 90 % parmi les acides gras totaux. Les autres acides gras ont été détectés en faible pourcentage. Les valeurs obtenues sont (60,1 à 70,9 g/100 g) pour l'acide linoléique (12,1 à 16,1 g/100 g) pour l'acide oléique et (7,7 à 14,5 g/100g) pour l'acide palmitique. Des différences considérables dans la composition en acides gras entre Tadla, ElKalâa des Sraghna et El Gharb probablement en raison des conditions climatiques.

Les teneurs en acides gras insaturés des différents échantillons de paprika varient de 81,13 % à 84,30 % de la teneur totale en matières grasses dans la poudre de paprika. Pour les acides gras saturés du paprika, les valeurs sont comprises entre 11,38 % et 18,87 % de lipides totaux.

Tableau 3. Paramètres de coloration de la poudre du paprika en fonction des régions.

| Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|---|-------------------|----------------------|---------------------|
| Unités ASTA | $144,04 \pm 16a$ | $104,10 \pm 6,30c$ | $115,50 \pm 12,40b$ |
| Rapport entre les pigments rouge et jaune (R/Y) | $0,90 \pm 0,001b$ | $0.99 \pm 0.002a$ | $0,\!98\pm0,\!001a$ |
| Luminosité (L*) | $24,56 \pm 0,50c$ | $25,50 \pm 0,98b$ | $27,01 \pm 0,96a$ |
| Paramètre a* | $29,14 \pm 1.40a$ | $24,89 \pm 0,75c$ | $27,54 \pm 1,04b$ |
| Paramètre b* | $29,77 \pm 0,60b$ | $33,34 \pm 1,16a$ | $33,34 \pm 0,94a$ |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

Tableau 4.

Composition nutritionnelle et chimique de la poudre de paprika Marocaine.

| Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|---------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Carbohydrate | $54,49 \pm 5,34a$ | $56,85 \pm 2,92a$ | $54,15 \pm 3,14a$ |
| Protéine (g/100g PS) | $21,50 \pm 4,50a$ | $17,25 \pm 2,10b$ | $20,29 \pm 1,49ab$ |
| Lipide (g/100g PS) | $7,55 \pm 3,91b$ | $7,94\pm0,98ab$ | $8,67 \pm 0,97a$ |
| fibre (g/100g PS) | $37,07 \pm 3,04b$ | $38,52 \pm 2,98ab$ | $41,40 \pm 1,78a$ |
| Sucres totaux (g/100g PS) | $11,19 \pm 0.11b$ | $13,08 \pm 1,21a$ | $7,90 \pm 0,98c$ |
| Energie (kJ) | $1500,08 \pm 28,45a$ | $1480,65 \pm 18,32a$ | $1516,68 \pm 12,65a$ |
| Vitamine C (mg/100g) | $1680,30 \pm 6,60a$ | $1423,42 \pm 10,41b$ | $1224,54 \pm 12,55c$ |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

Tableau 5.

Composition en acides gras (%) de la poudre de paprika Marocaine.

| Acides gras | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|-----------------------------|-------|----------------------|----------|
| C 14:0 Acide myristique | 1,0 | 0,9 | 1,1 |
| C 16:0 Acide palmitique | 7,7 | 14,5 | 11,6 |
| C 16:1 Acide palmitoleïque | 0,4 | 0,4 | 0,35 |
| C 18:0 Acide stéarique | 2,2 | 3,2 | 4,35 |
| C 18:1: Acide oléique | 12,8 | 16,1 | 12,1 |
| C 18 :2 Acide linoléique | 70,9 | 60,1 | 67,5 |
| C 18 :3 Acide linolénique | 3,6 | 4,1 | 2,2 |
| C 20 :0 Acide arachidique | 0,4 | 0,2 | 0,1 |
| C 20 :1 Acide gadoléique | 0,3 | 0,15 | 0,13 |
| Acides gras totaux | 99,3 | 99,65 | 99,43 |
| Acides gras saturés (AGS) | 11,38 | 18,87 | 17,25 |
| Acides gras insaturés (AGI) | 88,62 | 81,13 | 82,75 |
| Rapport AGS/AGI | 0,13 | 0,23 | 0,21 |

3.4. Composition minérale

Le tableau 6 montre la composition minérale de la poudre de paprika issu des trois régions marocaines. Les résultats obtenus ont montré que cette épice est riche en potassium, en magnésium et relativement pauvre en sodium. La teneur moyenne en potassium est de 2332, 2168 et 2741 mg/100g PS respectivement pour le paprika du Tadla, El Gharb et El Kalâa des Sraghna. Pour le calcium, sa teneur moyenne est de 88 à 110 mg/100g PS. Ces résultats vont dans le même sens que ceux obtenus pour le paprika de Serbie [44]. La teneur en magnésium de paprika en poudre produit au Tadla est de 143 mg/100g PS. Le contenu en phosphore varie de 336 à376 mg/100 g PS. Les

métaux lourds analysés soit ils ne sont pas détectés (Plomb et Cadmium) ou ils se trouvent à faible concentration (Cuivre et Zinc), ce qui est en accord avec les réglementations en vigueur (< 5 ppm). Le paprika peut être classé dans la catégorie des aliments riches en potassium [56]. En outre, les fruits de piment doux sont une riche source de composés minéraux, notamment le magnésium, le calcium, le potassium, le phosphore et le fer [57].

3.5. Les capsaicinoïdes

La teneur des principales capsaicinoïdes : capsaicine, dihydrocapsaicine et nordihydrocapsaicine et leur indice de

Scoville ont été évalués pour déterminer l'ordre de brulure du paprika des 3 régions (tableau 7). Parmi les trois localités étudiées, le paprika d'El Kalâa des Sraghna a montré les valeurs les plus élevées en capsaicinoïdes totaux (184,97 mg/kg PS), suivi pr celui d'El Gharb (118,6 mg/kg PS), et enfin par celui du Tadla (41,5 mg/kg PS). Toutefois, des teneurs de capsaicinoïdes totaux de l'ordre de 89,79 mg/kg ont été obtenues pour le piment rouge séché en Turquie [58]. Des teneurs de 0,01 à 0,1 % de capsaïcine ont été rapportées pour le paprika [59]. La littérature indique que la teneur en capsaïcine des fruits de poivre varie en fonction de l'espèce, des conditions écologiques de son habitat, de l'âge du fruit et de la position du fruit de la plante.

Parmi les capsaicinoïdes totaux étudiés, on note que la capsaïcine et la dihydrocapsaïcine sont les prédominantes (73 à 80%). La nordihydrocapsaicine était détectée à de faible quantité, allant de 19,21 à 26,65 % du total des capsaicinoïdes. En général, la capsaïcine dihydrocapsaïcine étaient relativement plus abondantes que la nordihydrocapsaïcine. Le rapport capsaïcine et dihydrocapsaïcine était de 1,01; 1,82 et 1,97 respectivement pour les paprikas du Tadla, El Gharb et El Kalâa des Sraghna. Des résultats similaires ont été rapportés avec des rapports de 1:1 pour les variétés de Capsicum annuum [60]. Toutefois, pour les paprikas des localités El Gharb et El Kalâa des Sraghna, les rapports étaient proches de celui rapporté pour l'espèce Capsicum frutescents (ratio (2:1) [29, 60]. La différence significative entre les paprikas des trois localités pourrait être attribuée à différents facteurs (environnementaux, stade de récolte, conduite culturale, etc.) [61].

3.6. Métabolites secondaires et activité antioxydante

Les piments doux sont une source importante de phénols totaux, qui sont principalement localisés dans le péricarpe [62]. Les teneurs en polyphénols totaux des échantillons des paprikas étudiés sont données dans le tableau 8. Elles varient considérablement en fonction de la région de provenance du paprika (827 à 1360 mg équivalent d'acide gallique /100 g de paprika). Le paprika du Tadla a montré les meilleures teneurs en composés phénoliques totaux. Des résultats similaires de 843 et 748 mg/100 g ont été obtenus pour deux variétés de Capsicum annum L [65]. Mais, ils sont supérieurs à ceux

obtenus pour le paprika d'Inde (500 mg/100 g) [63]. Cependant, des teneurs très élevées de polyphénols totaux ont été détecté au niveau des piments séchés (> 2000 mg/100 g PS) [64]. La teneur en polyphénols totaux des piments forts d'origine mexicaine était de l'ordre de 20 à 782 mg/100 g PS [66]. Néanmoins, les concentrations de ces métabolites dépendent de plusieurs facteurs tels que la salinité, le stade de maturité, le stockage et le sol. Les composés phénoliques accumulés dans les fruits de piments sont affectés par les conditions de stockage. Les fruits conservés à 8°C accumulent les dérivés d'acides hydroxycinnamiques, alors que pour ceux stockés à 4° C, l'accumulation des composés phénoliques est partiellement inhibée [67].

Les flavonoïdes en particulier possèdent des activités biologiques différentes dont la plus importante est l'activité antioxydante qui est associée à une réduction du risque de cancer et des maladies cardio-vasculaires [68]. Les Piments doux sont très riches en polyphénols comprenant les hydroxycinnamates, les flavonols et les flavones [62]. Les flavonoïdes sont une famille de composés ayant une structure de squelette C6-C3-C6, les flavanols, les flavonols et les anthocyanes sont inclus dans ce groupe. Dans notre étude, les échantillons de paprika collectés dans les trois régions du Maroc ont été analysés pour leurs teneurs en flavonoïdes totaux et en flavonols (Tableau 8). Les résultats obtenus montrent que le paprika du Maroc est riche en flavonoïdes et en flavonols. La teneur en flavonoïdes totaux varie de 119 à 130 mg/100g PS. Celle des flavonols totaux varie de 117 à 123 mg/100 g PS. Toutefois, les résultats obtenus aussi bien pour les flavonoïdes que pour les flavonols ont montré une faible variation par rapport à la région de production. Des résultats similaires ont été rapportés pour les flavonoïdes totaux par Tundis et ses collaborateurs [65]. Au contraire, Bae et ses collaborateurs [69] ont rapporté des teneurs en flavonoïdes relativement basses (62mg/100g PS).

La capacité antioxydante des fruits et des légumes a été étudiée en utilisant une grande variété de méthodes. L'activité antiradicalaire des extraits végétaux traduit leur aptitude à piéger les radicaux libres de l'organisme. Dans la présente étude, deux méthodes ont été utilisées pour l'activité anti-radicalaire des extraits méthanoliques de paprika à savoir les méthodes de DPPH 1'ABTS (2,2'-azinobis-[3-ethylbenzothiazoline-6sulfonicacid]).

Tableau 6.

Matières minérales dans la poudre de paprika(en mg/100g poids sec)

| Eléments Minéraux | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|-------------------|----------------------|----------------------|--------------------|
| Potassium | 2332,10 ± 36,41b | $2741,48 \pm 26,42a$ | 2168,06 ± 17,26c |
| Phosphore | $363,03 \pm 43,02c$ | $336,4 \pm 17,12b$ | $376,5 \pm 6,87a$ |
| Magnesium | $143,02 \pm 17,01$ a | $121,34 \pm 3,41b$ | $127,72 \pm 3,25b$ |
| Calcium | $108,04 \pm 15,04a$ | $88,78 \pm 5,25b$ | $110,98 \pm 4,87a$ |
| Fer | $33,02 \pm 5,02c$ | $72,59 \pm 1,14a$ | $52,33 \pm 4,16b$ |
| Sodium | $34,04 \pm 6,01b$ | $65,64 \pm 2,14a$ | $65,64 \pm 3,89a$ |
| Cuivre | $1{,}18 \pm 0{,}32b$ | $1,26 \pm 0,16b$ | $1,98 \pm 0,12a$ |
| Zinc | $2,03 \pm 0,24a$ | $1,33 \pm 0,22b$ | $1,97 \pm 0,21a$ |
| Cadmium | Non détecté | Non détecté | Non détecté |
| Plomb | Non détecté | Non détecté | Non détecté |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

Tableau7.

Teneur de la poudre du paprika en Capsaicinoïdes exprimée (en mg/kg de poids sec)

| Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|-----------------------|---------------------|----------------------|----------------------|
| Nordihydrocapsaicine | $10,95 \pm 0,98c$ | $35,53 \pm 2,33a$ | $24,85 \pm 1,67b$ |
| Capsaicine | $14,91 \pm 0,12c$ | $99,09 \pm 6,78a$ | $60,50 \pm 4,97$ b |
| Dihyrocapsaicine | $15,65 \pm 0,67c$ | $50,36 \pm 3,28a$ | $33,25 \pm 1,88b$ |
| Capsaicinoïdes totaux | $41,50 \pm 4,24c$ | $184,98 \pm 9,55a$ | $118,60 \pm 7,45b$ |
| Indice de Scoville | $652,25 \pm 34,22c$ | $2736,57 \pm 78,11a$ | $1740,40 \pm 54,97b$ |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

Tableau 8.

Teneur en composés phénoliques, flavonoïdes et flavonols de la poudre du paprika en fonction des régions de provenance.

| | Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|----------------------|---|----------------------|----------------------|---------------------|
| Composés phénolique | es totaux (en mg équivalent acide gallique/100g de paprika) | $1360,12 \pm 23,52a$ | 827,48 ± 16,14c | 1025,39 ± 32,34b |
| Flavonols (en mg équ | ivalent rutine/100g de paprika) | $123,45 \pm 0,86a$ | $117,12 \pm 4,28b$ | $120,14 \pm 2,15ab$ |
| Flavonoïdes (en mg é | quivalent quercitine/100g de paprika) | $130,20 \pm 3,89a$ | $125,42 \pm 2,44b$ | $119,23 \pm 1,25c$ |

^{*} Les valeurs sont la moyenne de 3 répétitions. Les chiffres de chaque ligne suivis de lettre différentes sont significativement différents à p <0,05 selon le test de Duncan

L'activité antioxydante du paprika collecté des trois régions a été évaluée en utilisant le radical DPPH qui est un radical libre stable dont le piégeage est déterminé par la réduction de l'absorbance à 515 nm suite à une réaction avec les métabolites radicalaires. La capacité de piégeage du radical DPPH est déterminée après 30 min d'incubation en présence de différentes concentrations des extraits de paprika.

Les valeurs IC50 déterminées en µg/ml exprimant la concentration efficace de l'extrait antioxydant nécessaire pour le piégeage et la réduction de 50 % de moles de DPPH en dissolution dans du méthanol sont présentées dans le

tableau 9. Tous les extraits ont été en mesure de réduire ce radical DPPH qui s'accompagne par son passage de la couleur violette (DPPH') à la couleur jaune (DPPH-H) mesurable à 515 nm. L'activité de piégeage des radicaux libres (IC50) exercée par les 3 paprikas variait de 260 à 360 μg/ml. La meilleure activité antioxydante a été obtenue par le paprika du Tadla avec une valeur d'IC50 de 260 μg/ml. La capacité antioxydante de paprika produite au niveau d'Elkalâa des Sraghna et El Gharb est similaire à celle exercée par *C. annuum* var. *cerasiferum* (IC50 de 463,0 μg/ml) [70], et à celle obtenue pour le piment en pleine maturité (IC50 de 419,0 μg/ml) [71]. En outre, le

paprika du Tadla a été moins actif que *C. annuum* var. réseau qui a montré une valeur de l'IC50 de 150,40 μg/ml [52]. Le même constat a été rapporté pour *C. annuum* var. cerasiferum moyen (IC50 de 85,3 μg/ml) [65].

Le test ABTS implique la production directe du chromophore bleu/vert produit par la réaction de l'ABTS, avec le persulfate de sodium détectée par spectrophotomètre à 734 nm. Ainsi, l'activité de piégeage du radical ABTS est déterminée suite à la diminution de l'absorbance de la solution radicalaire à 734 nm traduite par la décoloration de cette solution. Dans notre étude, les 3 paprikas étudiés ont montré des activités antioxydantes différentes qui se traduisent par des IC 50 différentes. Les concentrations d'extrait réduisant 50 % d'ABTS étaient de 43 μg/ml, 69 μg/ml et 86 μg/ml respectivement pour les paprikas de Tadla, Gharb et Ekalaka (Tableau 9). Les résultats obtenus sont faibles par rapport à ceux obtenus pour *C. annuum var. acuminatum big* (IC50 de 16,4 μg/ml) et la variété acuminatum medium (IC50 de 21,5 µg/ml) [65]. Pour les 3 régions de production de paprika, le potentiel antioxydant évalué par le test DPPH est faible par rapport au test ABTS. Des constatations similaires ont été rapportées par d'autres chercheurs [65].

Tableau 9.

Activité antioxydante évaluée par les tests d'ABTS et de DPPH en fonction des régions (Exprimant la concentration efficace IC50 en µg/ml)

| Paramètre | Tadla | El Kalâa des Sraghna | El Gharb |
|-----------|--------|-------------------------|----------|
| ABTS | 43,03 | 85,87 | 69,45 |
| DPPH | 260,04 | 360,14 | 321,27 |

4. Conclusion

Les poudres de paprika issues des 3 régions marocaines ont montré des attributs de qualité nutritionnelle et physicochimique qui répondent aux normes internationales. Elles peuvent être considérées comme d'excellentes sources de certains nutriments et de composés antioxydants, en particulier la vitamine C, les microéléments, les polyphénols totaux et les caroténoïdes. En l'occurrence, le paprika marocain peut être utilisé pour des applications culinaires et industrielles.

Références

- Sanatombi K., Jitendra S.G., J.Food Agric. Environ., 4 (2006) 205-208.
- [2] Lee Y., Howard L.R., Villalon B., J. Food Sci.,60 (1995) 43–476.
- [3] Topuz A., Feng H., Kushad M., Food Sci. Technol., 42 (2009) 1667-1673.
- [4] Jadczak D., Grzeszczuk M., Acta Hort., 830 (2009) 369-376.
- [5] Rubio C., Hardisson A., Enrique M.P., Baez A., Martin M., Alvarez R., Eur. Food Res Technol., 214 (2002) 501-504.

- [6] Bosland P.W., Votava E.J., CAB Intl. Pub, (2000).
- [7] Hornero-Mendez D., Guevara R.G., Minguez-Mosquera M.I., J. Agri. F. Chem., 48 (2000) 3857-3864.
- [8] Minguez-Mosquera, M. I.; Hornero-Mendez, D., J. agr. Food Chem., 42 (1994) 1555-1560.
- [9] Hakmaoui A., Ouatmane A., Fernández-Trujillo J.P, Horticultura, 295 (2011) 31-35.
- [10] Zaki N., Hakmaoui A., Ouatmane A., Hasib A., Fernández-Trujillo J.P., Food Sci. Qual. Manag., 17 (2013) 25-33.
- [11] Klieber A., RIRDC Publication ISBN 0642 58063 4 (2000) 32.
- [12] Salmerón P., Romojaro F., Rev. Agro. Tecnol. Alim.,15 (2000) 560-572.
- [13] Minguez-Mosquera M.I., Perez-Galvez A., Garrido-Fernandez J., J. Agri. Food Chem.,48 (2000) 2972- 2976.
- [14] Simal S., Garau C., Femenia A., Roselló C., Inter. J. Food Eng., 4 (2005)1-12.
- [15] Mínguez-Mosquera M. I., Jaren-Galán M., Garrido- Hornero-Méndez D., Edition CSIC Madrid (1996).
- [16] Tiris C., Tiris M., Dincer I., Energ. Convers. Manag, 36(3) (1995) 205-212.
- [17] Klieber A., Bagnato A., Food Aust., (1999) 592-596.
- [18] Horwitz W., AOAC (2002).
- [191Pomeranz Y., Clifton M.E., Van Nostrand Reinold, New-York (1987).
- [20] Prosky L., Asp N.G., Schweizer T.F., DeVries T.F., Furda I., J. AOAC Intl., 75 (1992) 360-367.
- [21] Daood H. G., Vinkler M., Markus F., Hebshi E. A., Biacs P.A., Food Chem., 55 (1996) 365–372.
- [22] De Guevara G.L.R., Pardo-González J.E., J. Agric. Food Chem., 44 (1996) 2049-2052.
- [23] McGuire R.G., Hort. Sci., 27 (1992) 1254-1255.
- [24] Browne C.A., Zerban F.W., John Wiley and Sons, New York (1955).
- [25] European standard ISO 12966-2, Wien, Austrian Standards Institute (2011).
- [26] Benderitter M., Maupoil V., Vergely C., Dalloz F., Briot F., Rochette L., Fundam. Clin. Pharmacol., 12 (1998) 510–516.
- [27] Durucasu I., Tokusoglu O., Pak. J. Biol. Sci., 10 (2007) 3410-3414.
- [28] Collins M., Wasmund L.M., Bosland P.W., Hort. Sci., 30 (1995) 137–139.
- [29] Todd P.H., Bensinger M.G., Biftu T., J. Chromatogr., 367 (1977) 438–442.
- [30] Osborne D., Voogt P., Official Methods 6.2, 6.3, in foods, Academic Press Inc. (1978).
- [31] Jackson M.L., In Soil Chemical Analysis, University of Wisconsin, Madison, US (1958).
- [32] Perucka I., Materska M., Acta Sci. Pol. Technol. Aliment., 6 (4) (2007) 67-74.
- [33] Zhishen J., Mengcheng T, Jianming W., Food Chem., 64 (1999) 555-559.
- [34] Kumaran A., Joel K.R., LWT- Food Sci. Technol., 40 (2007) 344-352.
- [35] Campos M.G., Ebby R.F., Markham K.R., Mitchell, K.A., Da Cunha A.P., J. Agri. Food Chem., 51(3) (2003) 742–745.
- [36] Pellegrini N., Re R., Yang M., Rice-Evans C., Methods Enzymol., 299 (1999) 379-389.
- [37] Rico C.W., Kim G.R., Ahn J.J., Kim H.K., Furuta M., Kwon J.H., Food Chem., 119 (2010) 1012–1016.
- [38] FAO, Retrieved 10 February 2013 from
 - www.fao.org/infoods/index_en.htm (2009).
- [39] Buckenhüskes H.J, Krishna De A. (Ed.) London (2003) 223-230.
- [40] Douglas M., Heyes J, Smallfield B., FAO Rome.
- [41] Lee D.S., Chung S.K., Yam K.L., Intl. J. Food Sci. Technol., 27 (1992) 179-185.
- [42] Matus Z., Deli J., Szalbolcs J., J. Agric. Food Chem., 39 (1991) 1907-1914.
- [43] Deli J., Molnar P., Matus Z. Toth G., J. Agric. Food Chem., 49 (2001) 1517-1523.
- [44] Tepić A.N., Dimić G.R., Vujičić B.L., Kevrešan Ž.S., Varga M., Šumić Z.M., Acta Periodica Technologica, 39 (2008) 77-83.
- [45] García M.I., Lozano M., Montero V., Ayuso M.C. Bernalte M.J., Vidal-Aragón M.C., Pérez M., Sci. Horticulturae, 113 (2007) 202-207.

- [46] Kim S., Park J.B., Hwang I.K., J. Food Sci. 67 (8) (2002) 2957-2961.
- [47] Derera N.F., Nag N., Hoxha A., J. of Business Chem., 2 (2005) 18p.
- [48] De Guevara G.L.R., Gonzalez M., Garcia-Meseguer M. J., Nieto J.M., Amo M., Varon R., J. Sci. Food Agr., 82 (9) (2002) 1061–1069.
 [49] USDA Nutrient Database for 02028,
 - http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/search
- [50] Tchiegang C.E., MoundipaFewou P.M., Noutchougoue V.K., J. Food Eng., 42 (1999) 117-123.
- [51] Zachariah T. J., Gobinath P., Villupanoor A. Parthasarathy, (2008) 261-286.
- [52] Kim J.S., Jiyun A., Lee S.J., Moon B., Ha T.Y., Kim S., J. Food Sci., 76 (2011) 193-198.
- [53] Deepa N., Kaur C., George B., Singh B., Kapoor H.C., Food Sci., Technol. 40 (2007) 121-129.
- [54] Ahmed N., Krishnappa G.M., Upperi S.N., Khot A.B., Current Res., 15 (1986) 38–41.
- [55] Purseglove J.W., Brown E.G., Green C.L., Robbins S.R.J., Spices Wiley and Long-man, New York (1981).
- [56] Farrell K.T., Van Nostrand Reinhold Publishers, New York, USA (1990).
- [57] Peruka I., Rozpr. Nauk. AR Lublin 181 (1995).
- [58] Dogan Duman A., J. of Stored Prod. Res., 46 (3) (2010) 155-160.
- [59] Govindarajan V.S., Narasimhan S., Dhanaraj S., J. Food Sci. Technol., 14 (1977) 28-34.

- [60] Govindarajan V.S., Sathyanarayana M.N., Crit. Rev. Food Sci. Nutr., 29 (1991) 435-474.
- [61] Titze P., Mueller-Seitz E., Petz M., J. Agri. Food Chem., 50 (5) (2002) 1264–1266.
- [62] Marin A., Ferreres F., Tomas-Barberan F.A., Gil M.I., J. Agri. Food Chem., 52 (2004) 3861–3869.
- [63] Tripathi S., Mishra H.N., J. Microbiol., 40 (2009).
- [64] Hervert-Hernández D., Sáyago-Ayerdi S. G., Goñi I., J. Agri. Food Chem., 58 (6) 2010) 3399–3406.
- [65] Tundis R., Loizzo M.R., Menichini F., Bonesi M., Conforti F., Luca D.D., Menichini F., Food Res. Inter., 45 (2012) 170-175.
- [66] Menichini F., Tundis R., Bonesi M., Loizzo M.R., Conforti F. Statti G., Food Chem., 114 (2) (2009) 553–560.
- [67] Ravo A., Baiamonte I., Paoletti F., Eur. Food Res. Technol., 226 (2008) 1167–1174.
- [68] Czeczot H., Pol. J. Food Nutr. Sci., 4 (2000) 3-13.
- [69] Bae H., Jayaprakasha G.K., Jifon J., Patil B.S., Food Chem., 130 (2012) 751–758.
- [70] Tundis R., Loizzo M.R., Menichini F., Bonesi M., Conforti F. Statti G., De Luca D., de Cindio B., Menichini F., Plant Food for Hum. Nutr., 66 (3) (2011) 261-269.
- [71] Conforti F., Statti G.A., Menichini F., Food Chem.,102 (4) (2007) 1096–1104.