

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA



DOMAINE : SCINCES DE LA NATURE ET DE LA VIE

FILIERE : SCIENCE ALIMENTAIRE

OPTION : NUTRITION ET ALIMENTAIRE

Mémoire présenté pour l'obtention

Du diplôme de Master Académique

Par

Korichi lina

Saadaoui wiam

Intitulé

**Extraction des huiles essentielles des
déchets de citron**

Dr. Omar Aoun

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Président

Dr. Belbahi Amin

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Examineur

Dr. Madi Nadia

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Rapporteur

Année universitaire 2023 \ 2024

Remerciement :

Avant tout, nous remercions Allah tout puissant de nous avoir donné, la force, la volonté et le courage d'effectuer ce mémoire.

*Nous tenant a adressé nos gratitudes et remerciement à notre encadreur
Dr. Madi Nadia. Pour le soutien et l'encadrement qu'il nous a donné,
pour toutes ses gentillesse, pour ses précieux conseils tout au long de la
réalisation de ce travail, pour sa patience avec nous qu'il soit assuré de
notre profond respect.*

Nous adressons aussi nos vifs remerciements aux membres des jurys :

Dr. Belbahi Amine d'avoir accepté d'examiner et de juger notre travail.

Dr. Omar Aoun d'avoir accepté de présider le jury et de juger notre travail.

*Nous tenant également nos sincères et profonds remerciements à Madame Mariam et
safia et hamida et Ilham techniciennes de laboratoire qui ont mis à notre disposition
les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail, pour leurs gentillesse et surtout
soutient moral et physique.*

*Nous tenons remerciements à mes parents et toutes les personnes qui ont Participé
de près ou de loin à la réalisation de ce travail :*





Dédicace :

A Mes chers parents qui m'ont soutenu et encouragé

Durant toutes mes études Merci pour le Bonheur, les valeurs

Et l'éducation que vous m'avez procurée

Mes frères que j'aime beaucoup

A tous mes proches et mes amis que j'aime



List des tableaux :

Tableau 1. Composition chimique globale des écorces de différentes variétés d'agrumes...	6
Tableau 2. Composition en fibres des écorces d'agrumes.....	6
Tableau 3. Composition en minéraux des écorces d'agrumes.....	7
Tableau 4. Composition en caroténoïdes des écorces d'agrumes.....	8
Tableau 5. Teneurs en flavonoïdes des écorces d'agrumes (mg/g bs).....	9
Tableau 6. Teneurs en acides hydroxycinnamiques des différentes variétés des écorces d'agrumes.....	9
Tableau 7 : Les résultats de l'analyse microbienne	31



List des figures :

Figure 1. Schéma détaillant la structure du péricarpe de l'orange.....	4
Figure 2 : Structure du phénol.....	8
Figure 3 : Méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	16
Figure 4 : Détermination de ph.....	19
Figure 5 : Détermination des cendres.....	20
Figure 6 : Dosage des sucres.....	21
Figure 7 : Extraction des polyphénols.....	22
Figure 8 : Dosage des polyphénols.....	23
Figure 9 : Dosage des flavonoïdes.....	23
Figure 10 : Extraction des huiles essentielles.....	24
Figure 11 : Analyse microbienne.....	25
Figure 12 : Taux de teneur en polyphénols d'extraits de citron.....	27
Figure 13 : Taux de teneur en flavonoïdes d'extraits de citron.....	28
Figure 14 : Taux en caroténoïdes, sucre et cendres d'extraits de citron.....	30
Figure 15 : Résultat d'analyse microbiologique.....	32



SOMMAIRE :

<u>Introduction</u>	1
---------------------------	---

❖ Synthèse Bibliographique

Chapitre I. Généralités sur les Agrumes

1. Historique et origine.....	3
2. Classification botanique	3
3. Description morphologique des agrumes.....	4
4. Quelque variété des agrumes.....	5
5. Composition chimique des écorces d'agrumes.....	5
6. Compostions en antioxydant	7
a) Vitamine c	7
b) Caroténoïdes.....	8
c) Compose phénolique totaux.....	8
d) Flavonoïdes	9
e) Les acides phénoliques.....	9

Chapitre II. Intérêt d'utilisation des sous-produits d'agrumes :

1. Les huile essentielles extraits des agrumes	12
2. Aliments de bétails.....	12
3. Production de bicarbonate.....	12
4. Pates d'orange.....	13
5. Pectine.....	13

Chapitre III : L'huile essentielle :

1. Définition.....	15
2. Utilisation des huiles essentielles.....	15
3. Rôle physiologique des huiles essentielles.....	16
4. Les méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	16
a) L'hydro-distillation.....	16

❖ Partie pratique :

i. Analyses physico-chimiques des graines citrouille :

1. Détermination de PH.....	19
2. Détermination de l'acidité titrable	20
3. Détermination du taux de cendre	20
4. Dosage des sucres totaux	21
5. Détermination du taux de fibre	21

ii. Analyses phytochimiques des pelures de agrumes :

Dosage des substances bioactives :

1. Extraction des polyphénols	22
2. Dosage des polyphénols totaux.....	23
3. Dosage des flavonoïdes.....	23
4. Dosage des caroténoïdes.....	24
5. Evaluation des activités antioxydants des extraits par le test de DDPH.....	24

Extraction des huiles essentielles :

1. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes.....	25
--	----

iii. Analyse microbiologique des huiles essentielles :

1. Préparation des suspensions microbiennes.....	25
--	----

❖ Résultat et discussion :

i. Etude phytochimique des extraits des déchets de citron et l'orange :

1. Polyphénols.....	27
2. Flavonoïdes.....	28

ii.	Étude physico-chimique des extraits phénoliques :	
1.	Dosage des caroténoïdes.....	28
2.	Dosage des sucres.....	29
3.	Taux des cendres.....	30
4.	Détermination de l'acidité titrable.....	31
iii.	Analyse microbiologiques.....	31
	<u>Conclusion</u>	34
	<u>Annexe</u>	37

Résumé :

Cette étude porte sur l'extraction, l'analyse et l'encapsulation des huiles essentielles extraites de l'écorce d'orange (*Citrus sinensis*) par la technique hydro-chimique de distillation. Le contrôle des paramètres physico-chimiques Densité relative et indice d'acidité et détermination des polyphénols et flavonoïdes totaux, les valeurs obtenues à partir de ces analyses suggèrent qu'une huile essentielle répond aux critères de contrôle qualité, concernant l'effet antimicrobien, nous avons appliqué la technique des puits de gélose contaminé par *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis* et *Escherichia coli*, le résultat de l'expérience est observé par une zone d'inhibition importante. L'utilisation de la technique d'encapsulation pour la protection de l'huile essentielle

Mots clés :

Extraction, huile essentielle, Limonène, rendement, encapsulation.

ABSTRACT:

This study focuses on the extraction, analysis and encapsulation of essential oils extracted from orange peel (*Citrus sinensis*) using the hydro-chemical technique.distillation . The control of physico-chemical parameters Relative density and acid index and determination of total poly phenols and flavonoids, the values obtained from these analyses suggest an essential oil meets the quality control criteria, concerning the antimicrobial effect, we applied the technique of the agar wells contaminated with *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis* and *Escherichia coli*, the result of the experiment is observed by a significant inhibition zone. The use of encapsulation technique for the protection of essential oil.

Keywords:

Extraction, essential oil, Limonene, yield, encapsulation.

Introduction Générale :

De manière générale, l'extraction des huiles essentielles préalable à l'analyse chimique se compose de deux étapes : l'extraction et l'analyse. Alors que l'étape analytique requiert en général quelques minutes, l'étape d'extraction nécessite plusieurs heures. C'est le cas de la méthode de Clevenger, inventée en 1928.(Clevenger 1928)

L'agrumiculture constitue le plus grand secteur de production de fruits dans le monde, avec plus de 89 millions de tonnes produites durant l'année 2014. (Marín, Soler-Rivas et al. 2007)

Le coproduit de la transformation industrielle des agrumes est constitué essentiellement des écorces d'agrumes et de résidus de graines.(Bocco, Cuvelier et al. 1998)

Les écorces d'agrumes sont une matrice hautement valorisable vue sa richesse en ingrédients fonctionnels (huiles essentielles, fibres, caroténoïdes, vitamine C, composés phénoliques) ayant des applications très variées dans les industries agroalimentaires, cosmétique, nutraceutique et dans les industries de production de biocarburant et de matériaux biodégradables. (Ledesma-Escobar and de Castro 2014)

Les écorces d'agrumes représentent un gisement important de composés phénoliques, essentiellement des flavonoïdes et des acides phénoliques. Les flavonoïdes présents dans les agrumes sont les flavanones glycosylés et les flavones polyméthoxylés. (Mouly, Arzouyan et al. 1994)

Les flavonoïdes des écorces d'agrumes sont caractérisés par leur activité antioxydant, thérapeutique, antivirale, antifongique et antibactérienne. (Bocco, Cuvelier et al. 1998)

La valorisation des déchets permet non seulement d'alléger l'impact écologique en minimisant la pollution mais aussi de proposer de nouvelles opportunités permettant un développement économique. (M'Hiri 2015)

Chapitre I. Généralités sur les Agrumes

1. Historique et origine :

Les agrumes ont longtemps été considérés comme étant originaires des régions comprises entre l'Inde et les régions environnantes de Chine et de Birmanie, voire plus au sud, en Malaisie et en Asie du Sud-est. Toutefois, les récents travaux de Bayer et ses collègues (2009) laissent entendre que l'évolution de *Citrus* a eu lieu en Australie (Australie, Nouvelle-Guinée, Mélanésie, Nouvelle-Zélande). Toutefois, les données historiques soutiennent l'existence de trois origines variées, telles que :

- Le Nord-est de l'Inde, les régions proches de la Birmanie et de la Chine, caractérisés par l'apparition de *C. medica*, de *C. aurantifolia*, *C. limon*, *C. aurantium* et *C. sinensis* ;
- La Malaisie et l'Indonésie sont citées comme centre d'origine de *C. grandis* ;
- Le Vietnam, le Sud de la Chine et le Japon comme la zone de diversification de *C. reticulata*

Les agrumes sont des petits arbres épineux à feuilles persistantes, de la famille des rutacées, cultivés comme arbres fruitiers, mais dont toutes les espèces sont très ornementales. Selon BENEDISTE & BACHES (2002) les espèces des agrumes sont de trois principaux genres du groupe citrinae dans la famille des rutacées : *Citrus* (la majorité des agrumes), *Fortunella* (les Kumquats) et *Poncirus*. Différentes hypothèses ont été formulées sur l'origine des agrumes. En général, ils semblent provenir des régions tropicales et subtropicales (Nicolosi, Deng et al. 2000)

2. Classification botaniques :

Le groupe des agrumes appartient à la famille des Rutaceae, sous famille des Aurantioideae, tribu des Citreae et sous tribu des Citrine. Une des conséquences les plus remarquables de la polyploïdisation est l'augmentation du volume cellulaire [7] qui se traduit par la formation d'organes végétatifs et reproductifs plus grossiers comparés à ceux des diploïdes.[8] Ainsi, les observations faites par Cameron et Frost] sur des autotétraploïdes montrent que leurs feuilles sont plus épaisses et plus foncées que celles des diploïdes.

La croissance des tétraploïdes est plus lente et la canopée moins développée et plus compacte. Les tétraploïdes présentent généralement une phase juvénile plus longue et sont souvent moins fructifères que les diploïdes.

La plupart du temps, la forme du fruit est irrégulière et l'écorce est plus rugueuse avec des glandes à huile proéminentes. En ce qui concerne la qualité des fruits, seul le pourcentage de jus semble être affecté, en diminuant chez les tétraploïdes. En revanche, les arômes, l'acidité et les sucres ne sont quasiment pas affectés.(Ollitrault, Dambier et al. 2007)

Le nombre de pépins par fruit est généralement plus faible de même que le nombre d'embryons par pépin. Les pépins sont toutefois plus gros que ceux des diploïdes. Le citronnier Lisbonne tétraploïde constitue une exception en produisant de gros fruits contenant plus de pépins que son parent diploïde. Tandis que la vigueur du mandarinier 'Kinnow' autotétraploïde est peu affectée.(Ollitrault 2006)

3. Description morphologique des agrumes

Les principales espèces et variétés cultivées du genre *Citrus* présentent des différences en termes de couleur, de forme, de calibre, de composition de jus et d'âge de maturité. Néanmoins, l'ensemble des fruits des *Citrus* cultivés ont la même forme anatomique. Présentée dans la figure 1.(Rafiq, Singh et al. 2019) D'un point de vue botanique, les agrumes sont des fruits charnus de type baie avec un péricarpe structuré en trois parties bien différenciées : l'épicarpe appelé flavédo, le mésocarpe appelé albédo et l'endocarpe(pulpe).

L'épicarpe est la surface périphérique du fruit. Il est coloré par des pigments caroténoïdes et représente 8 à 10% du fruit. Il contient de nombreuses glandes sécrétrices d'essences aromatiques qui sont réparties de façon irrégulière

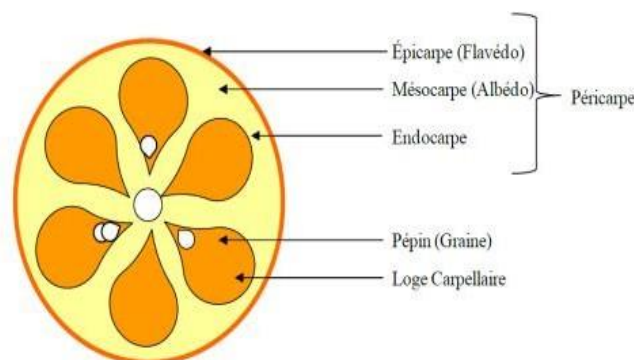


Figure 1 : schéma détaillant la structure du péricarpe de l'Orange (d'après Huet , 1991)

4. Quelques variétés d'agrumes :

❖ Oranges :

A l'exception d'un échantillon d'orange provenant de Dezfoul et dont toutes les caractéristiques rappelaient l'orange Shamouti du Proche-Orient, les variétés observées se rapprochaient du type Beldi (ou Beledi) du Proche-Orient et d'Afrique du Nord. Ce sont des oranges de forme variable, généralement sphériques, mûrissant en saison (février), très riches en jus mais aussi riches en pépins. (Chapot 1962). C'est le cas de l'orange de Mazandaran, à gros fruits, peau assez fine, bien colorée. Les oranges d'Amol sont plus petites et semblent plus précoces, mais elles sont bourrées de pépins de grande taille. Au contraire, l'orange de Mahmoud Abad est piriforme aplatie (comme la mandarine Temple), ou simplement ronde mais aplatie aux pôles. Elle contient également un grand nombre de pépins en forme d'amande. Tout comme pour les oranges Beldi, les variétés iraniennes d'oranges ne portent pas de nom spécifique, et, comme nous venons de le voir, ne sont dénommées que d'après la région dont elles proviennent. (Chapot 1965)

❖ Pamplemousses

Les pamplemousses typiques sont rares pour les raisons exposées ci-dessus, c'est-à-dire la multiplication par semis et non par greffage.

A noter que certaines des variétés que nous allons brièvement décrire rappellent le grapefruit, bien que les variétés commerciales d'origine américaine de cette espèce soient pratiquement inconnues en Iran. Abbasse Gholikhani Ce fruit a l'apparence extérieure d'un pamplemousse hybride, à fruit de taille moyenne et très piriforme. L'odeur d'essence de zeste est typiquement celle du pamplemousse. Le fruit en coupe ressemble un peu au citron de Bornéo, mais sa chair est peu amère, peu acide et à la rigueur comestible. Batabi. Il s'agit d'un pamplemousse typique de par la forme générale du fruit, la couleur de l'écorce, la forme des glandes et l'odeur de l'essence. (Chapot 1965)

5. Composition chimique des écorces d'agrumes

Les écorces d'agrumes présentent des teneurs élevées en eau (variant de 2,97-3,79 g/g bs), soit 60% à 75% en base humide) et en sucres solubles (6,52-47,81 g/100g bs). De ce fait, c'est un coproduit hautement périssable qui fermente et présente un développement des moisissures. De plus, ce coproduit est riche en protéines (1,79- 9,06 g/100g bs) et en minéraux (2,52-10,03 g/100 bs) alors que les lipides sont très peu abondants (de 0,48 jusqu'à 4 g/100g bs). Les écorces sont particulièrement riches en composés digestibles et offrent de nombreuses possibilités d'utilisation pour l'alimentation fonctionnelle humaine et animale (Duoss-Jennings, Schmidt et al. 2013)

Tableau 1 composition chimique globale des écorces différents variétés d'agrumes (g\100g bs)

Variété de citrus	Orange	Citron	Pamplemousse
Eau	2,97 ¹ -3,14 ^b	3,01 ^b	-
Lipides	0,95 ^a 1,66 ^b 4,00 ^c	0,48 ^b 1,51 ^c 1,89 ^d	-
Protéines	1,79 ^b 2,67 ^e 7,90 ^f 8,01 ^a 9,06 ^c	5,8 7 ^b 6,7 9 ^d 7,8 8 ^g - -	-
Glucides	15,01 ^b 46,60 ^a 47,81 ^c	6,52 ^c 13,77 ^g 14,89 ^b	-
Minéraux	2,56 ^c 3,31 ^a 3,45 ^b 4,24 ^e	2,5 2 ^c 4,6 8 ^b - -	-
Fibres	6,30 ^c 13,38 ^e 13,90 ^h 41,64 ^b 42,13 ^a	14,00 ^h - - - -	82, 69 ⁱ - - - -
Vitamine C	0,145 ^s -1,15 ^p	0,109 ^s	-

Tableau 2 composition en fibres des écorces d'agrumes. [6]

Classes des fibres (% bs)				
Variété	Pectine, b, c, d	Lignine	Cellulose	Hémicellulose
Citron	6,52-13,00	7,56	23,06	8,09
Orange	0,22-23,02	7,52	37,08	11,04

➤ Minéraux

Les écorces d'agrumes sont riches en minéraux majeurs (Ca, Mg, K, Na) et quelques minéraux mineurs (Zn, Fer, Cu). Ces teneurs varient selon la variété considérée d'agrumes (Tableau 3).

Tableau 3 composition en minéraux des écorces d'agrumes

Minéraux	Teneurs (mg/100g bs)		
	Orange Maltaise	Orange Thompson	Citron
Potassium	220,40	816,24	527,93
Sodium	312,89	148,28	188,00
Calcium	1201,21	485,73	747,36
Magnésium	156,77	111,09	182,08
Zinc	1,86	1,43	8,61

6. Composition des écorces d'agrumes en antioxydant

a) La vitamine C

La vitamine C, aussi appelée acide ascorbique, est une vitamine hydrosoluble qui joue un rôle essentiel dans le corps humain. Sa participation est essentielle à de nombreuses fonctions biologiques et est indispensable pour la croissance, le développement et le maintien de la santé.

La vitamine C joue un rôle essentiel en tant qu'antioxydant puissant qui permet de préserver les cellules des dommages causés par les radicaux libres. Celle-ci joue un rôle essentiel dans la production de collagène, une protéine essentielle pour la structure et la santé de la peau, des os, des vaisseaux sanguins et d'autres tissus. La vitamine C joue également un rôle dans le bon fonctionnement du système immunitaire en stimulant la production de globules blancs et en augmentant la résistance aux infections. (Rafiq, Singh et al. 2019)

Une carence en vitamine C peut entraîner le scorbut, une maladie caractérisée par des symptômes tels que la fatigue, la faiblesse, des saignements des gencives, des douleurs articulaires et musculaires, et des problèmes de cicatrisation. Les principales sources alimentaires de vitamine C comprennent les agrumes, les fraises, les kiwis, les poivrons rouges, les brocolis et les épinards. (Rafiq, Singh et al. 2019)

b) Les caroténoïdes :

Tableau 4 composition en caraténoides des écorces d'agrumes

Variété	Lutéine	Zeaxanthine	β-cryptoxanthine	β-carotène
Orange	29,30	27,70	0,76	50,30
Citron	2,95	0,81	0,81	10,30
Pamplemousse	0,80	0,51	0,40	0,96

La zeaxanthine est la plus élevée dans les oranges (27,7 µg/g bs), suivie du citron et du pamplemousse, en ce qui concerne la β cryptoxanthine.

c) Les composés phénoliques totaux

Les phénoliques sont des composés secondaires fabriqués par les végétaux, qui ne sont pas nécessaires à la survie de la plante. Les composés phénoliques sont utilisés dans les plantes pour se protéger contre le rayonnement UV, les agressions des pathogènes et les agents pathogènes.(Manach, Scalbert et al. 2004, Mirzaei-Aghsaghali and Maheri-Sis 2008)participent à la coloration des plantes. On retrouve principalement deux classes de composés phénoliques dans les écorces d'agrumes les flavonoïdes et les acides phénoliques.

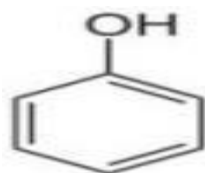


Figure 2 : structure du phénol

d) Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes sont une catégorie de composés secondaires très communs dans le règne végétal. Il s'agit d'éléments phénoliques de petite masse moléculaire avec un squelette carboné en C6-C3-C6. Ils se composent d'un corps à 15 atomes de carbone.

Tableau 5 teneurs en flavonoïdes des écorces d'agrumes (mg/g bs)

Variété de citrus	NER	HES	NEH	NAT	NAR	NOB	TAN	SIN
Citron	0,5 ^b	9,42 ^f	0,40 ^b		0,45 ^b	-	-	0,08 ^f
	6,12 ^g	0,002 ^h	0,16 ^f	-	1,51 ^f			
	-	--	4,37 ^g		6,06 ^g			
	-		-		0,08 ^h			
Pamplemousse	-	2,84 ^j		0,71 ^j	10,26 ^j	-	-	-
		-		-	14,40 ⁿ			
Citrus depressa	-	4,670 ^k	0,05 ^k	0,39 ^k	0,11 ^k	-	-	-

e) Les acides phénoliques :

Les acides phénoliques sont principalement présents dans les écorces d'agrumes.

Les acides hydroxycinnamiques, qui sont peu courants, sont les acides hydroxybenzoïques. Les acides essentiels. Les dérivés de l'acide cinnamique, appelés hydroxycinnamiques, sont composés d'un noyau phénolique de type C6-C3.

Tableau 6 teneurs en acides hydroxy cinnamiques des différentes variétés des écorces d'agrumes (ug/g bs)

Citrus	Acide caféique	Acide p-coumarique	Acide férulique	Acide sinapique
Orange	95,00±0,80 ^a	279±2,50 ^a	392,00±4,00 ^a	349±3,10^a
	12,60±1,21 ^b	229,1±1,21 ^b	45,30±0,40 ^b	44,90±1,62^b
	229,00±0,02 ^d	193±0,01 ^d	1580,00±0,13 ^d	954±0,027^d
Pamplemousse	56,00±0,50 ^a	131±1,30 ^a	323,00±3,10 ^a	319±30^a
Mandarine	3,06±0,03 ^b	346,00±2,45 ^b	150±4,89 ^b	94,20±1,22^b
	143,70±5,00 ^c	299,70±6,20 ^c	2755,60±43,70 ^b	194,90±14,90^c
	50,90±0,50 ^e	97,90±1,20 ^e	1187,60±5,30 ^e	218,20±2,20^e
	57,01±2,10 ^f	106,80±1,20 ^f	1299,50±88,00 ^f	155,60±6,70^f
Citron	142±1,30 ^a	349,00±3,40 ^a	4419±4,20 ^a	421±4,10^a
	80,00±3,72 ^b	264,10±4,19 ^b	59,1±0,93 ^b	59,60±0,47^b
	31,00±0,90 ^g	-	46±0,50 ^g	60±1,40^g
Bergamote	6,00±0,00^d	71,00±0,01^d	36±0,008^d	30±0,007^d

Les acides phénoliques présents dans les différentes variétés d'agrumes sont identiques, mais les concentrations diffèrent d'une variété à l'autre. On peut expliquer cette disparité par divers éléments tels que la région de culture, les conditions météorologiques, l'état de maturité du fruit et la variété des agrumes.

Chapitre II. Intérêt d'utilisation des sous- produits d'agrumes

1. Les huiles essentielles extraites des écorces d'agrumes

Les huiles essentielles présentes dans les écorces d'agrumes se trouvent dans des glandes situées dans le flavedo. On extrait ces huiles essentielles à partir des écorces en utilisant une simple pression à froid ou en même temps que l'extraction du jus.

Effectivement, il est possible d'extraire les huiles essentielles d'agrumes à froid. Par la suite, ces huiles sont soumises à un courant d'eau froide. Une émulsion d'eau et d'huile se forme.

La distillation à la vapeur ou l'hydro-distillation sont également des méthodes pour extraire les huiles essentielles des écorces d'agrumes ainsi que des solvants organiques. Présente la composition en huiles essentielles des écorces de trois espèces d'agrumes.

2. Les aliments de bétail

Les sous-produits agro-industriels peuvent présenter un intérêt économique, car les aliments traditionnels sont souvent onéreux. Les systèmes d'alimentation des ruminants à base de sous-produits alimentaires naturels sont souvent une solution pratique, car l'écosystème microbiendu rumen peut utiliser les sous-produits alimentaires, qui contiennent souvent des niveaux élevés de fibres structurales, pour répondre à leurs besoins en nutriments pour l'entretien, la croissance, la reproduction et la production.(Mirzaei-Aghsaghali and Maheri-Sis 2008)

3. La production des biocarburants

La production mondiale d'agrumes s'élève à plus de 88 millions de tonnes par an Environ la moitié de ces fruits sont pressés en jus, et le reste, y compris les pelures, les membranes sectionnées et d'autres sous-produits, est considéré comme des déchets d'agrumes(Zhou, Widmer et al. 2008) Ces déchets d'agrumes peuvent être séchés et utilisés comme matière première pour l'extraction de pectine ou transformés en granulés pour l'alimentation animale .(Mamma, Kourtoglou et al. 2008)

Cependant, une grande partie des résidus de CCA sont encore déposés chaque année. Cette mise en décharge n'est pas privilégiée en raison d'arguments économiques et environnementaux tels que les coûts de transport élevés, le manque de sites d'élimination et les matériaux mis en décharge à forte teneur en matière organique.(Tripodo, Lanuzza et al. 2004)

4. Les pâtes d'orange :

La pâte d'orange est une excellente base naturelle pour parfumer et colorer les produits alimentaires. Sa richesse en pectines assure une turbidité stable dans les boissons rafraîchissantes et les sirops à l'orange. Elle contient en proportion non négligeable des substances bénéfiques pour l'organisme comme l'acide ascorbique et les flavonoïdes.

5. La pectine :

La pectine, un polysaccharide structurel complexe contenu dans les parois cellulaires des plantes terrestres, est surtout connu pour son utilisation comme agent gélifiant et épaississant ou comme source de stabilisants pour les boissons lactées acides. La pectine, en tant que constituant des fruits et légumes, est également un composant naturel de l'alimentation humaine, où elle contribue aux fibres solubles. Bien qu'elles ne soient pas digérées par le tractus gastro-intestinal supérieur, il est prouvé que les fibres solubles sont bénéfiques pour la santé. (Maxwell, Belshaw et al. 2012)

Chapitre III : L'huile essentielles

1. Définitions :

Une huile essentielle (H.E) peut être un ensemble de molécules pour un chimiste, un arôme pour un parfumeur ou encore la quintessence ou l'esprit d'un végétal pour alchimiste. Dans la réalité, une huile essentielle est l'ensemble de tout cela, car il s'agit d'un produit parfumé et volatil, composé de molécules sécrétées par certains arbres et certaines plantes qui lui confèrent un parfum spécifique. (Dob, Berramdane et al. 2005)

2. Utilisation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses propriétés :

Antibactériennes : Les molécules aromatiques possédant l'activité antibactérienne la plus importante sont les phénols contenus par exemple dans l'huile essentielle de clou de girofle.

Antivirales : Les virus sont assez sensibles aux huiles essentielles à phénol et à monoterpénol. Plus d'une dizaine d'huiles essentielles possèdent des propriétés antivirales. Nous pouvons citer l'huile essentielle de Ravintsara, l'huile essentielle de Bois de Hô, ou l'huile essentielle de Cannelle de Ceylan.

Antifongiques : Les huiles essentielles utilisées pour leurs propriétés antifongiques sont les mêmes que celles citées précédemment cependant la durée du traitement sera plus

Antiseptiques : Les propriétés antiseptiques et désinfectantes sont souvent retrouvées dans les huiles essentielles possédant des fonctions aldéhydes ou des terpènes comme l'huile essentielle d'Eucalyptus radiata. - **Insecticides :** Certaines huiles essentielles sont insectifuges ou insecticides comme celles possédant des fonctions aldéhydes comme le citronnellal contenu dans l'Eucalyptus citronné ou la citronnelle.

Anti-inflammatoires Les huiles essentielles possédant des aldéhydes ont des propriétés actives contre l'inflammation par voie interne comme l'huile essentielle de Gingembre.

3. Le rôle physiologique des huiles essentielles :

Les plantes qui contiennent ces composés toxiques, appelés phagodétendants ou inappétants, sont moins appréciées. En général, les terpénoides jouent un rôle essentiel dans les interactions entre les organismes vivants, permettant ainsi à une plante d'attirer les pollinisateurs ou les prédateurs ou parasitoïdes des herbivores qui l'attaquent (Gershenzon and Dudareva 2007)

Ce dernier rôle est particulièrement crucial pour une stratégie bioinspirée de recherche de composés antifongiques, antibactériens ou bioinsecticides grâce aux métabolites secondaires, notamment les huiles essentielles (Figueiredo, Barroso et al. 2008)

4. Le méthode d'extraction des huiles essentielle :

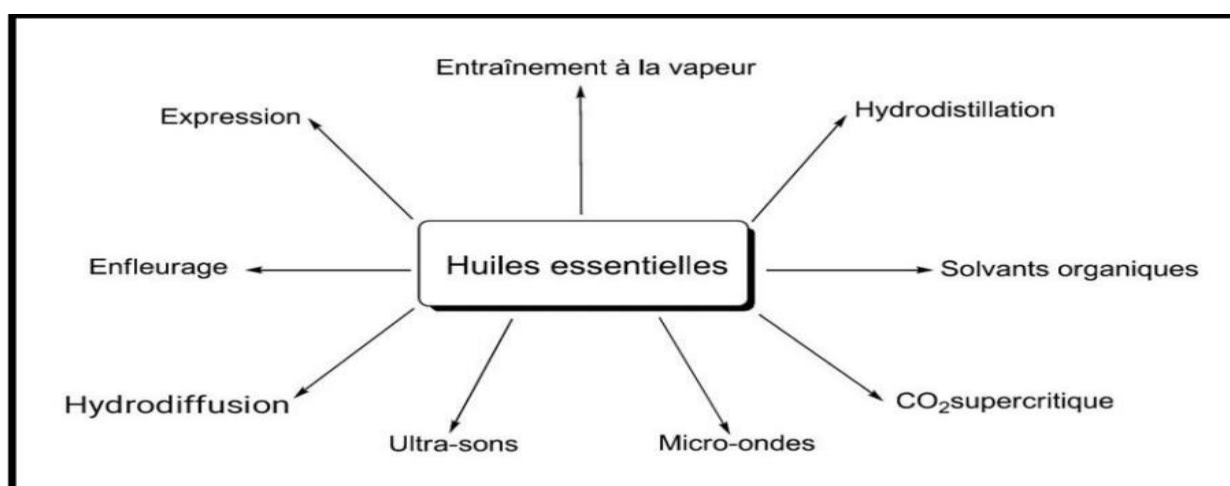


Figure 3 : méthodes d'extraction des huiles essentielles

a) L'hydro-distillation :

Il s'agit d'une méthode d'extraction utilisant l'eau comme solvant. En général, elle est effectuée sous pression atmosphérique. Le procédé consiste à chauffer dans un ballon un mélange d'eau et de plante dont l'huile essentielle est à extraire. En chauffant, les molécules volatiles présentes dans la matière végétale éclatent et sont libérées (AFNOR 1993)

les organismes vivants, permettant ainsi à une plante d'attirer les pollinisateurs ou les prédateurs ou parasitoïdes des herbivores qui l'attaquent (Gershenzon and Dudareva 2007)

Ce dernier rôle est particulièrement crucial pour une stratégie bioinspirée de recherche de composés antifongiques, antibactériens ou bioinsecticides grâce aux métabolites secondaires, notamment les huiles essentielles (Figueiredo, Barroso et al. 2008)

Partie pratique :

I. Matériel et Méthodes

i. Analyses physico-chimiques des extraits de pelure de de citron et d'oranges :

1. Détermination du pH :

Pour la mesure du pH, 5 g de poudre de pelure des eux variétés étudiées ont été mis en suspension dans 100 mL d'eau distillée et le mélange est filtrée à travers un papier filtre. Les valeurs de pH ont été déterminées en immergeant la sonde du pH-mètre directement dans le filtrat obtenu (Demirkol et Tarakci, 2018).

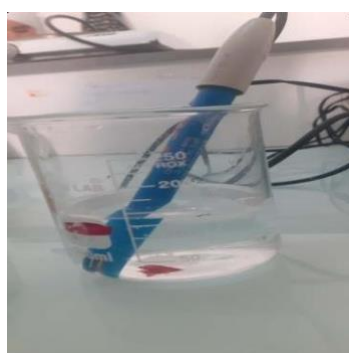
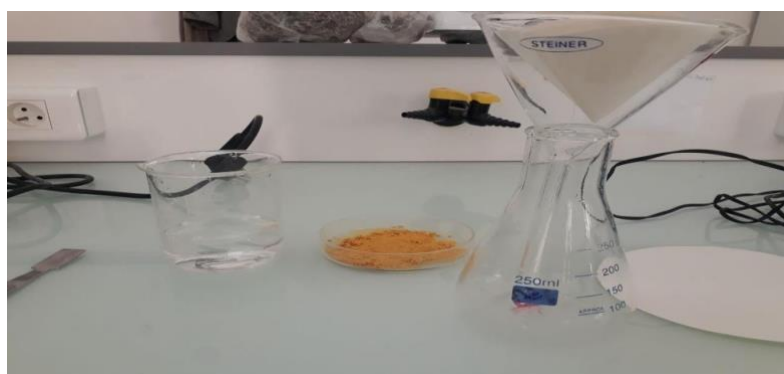


Figure 4: détermination de ph

2. Détermination de l'acidité titrable :

Une quantité d'échantillon (1g) a été additionnée à 20 mL d'eau distillée, la solution obtenue a été homogénéisée. Pour déterminer l'acidité de chaque échantillon, quelques gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées à la solution préparée puis le titrage est effectué avec une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0,1N) jusqu'à l'apparition du virage de couleur.

3. Détermination du taux de cendre :

Au préalable le creuset en porcelaine a été chauffé à 300°C /15min puis et pesé d après refroidissement. Une quantité de poudres de graines (2 g) a été incinérée dans un four à moufle à 600°C/6h (AOAC, 1990).



Figure 5 : détermination des cendres

4. Dosage des sucres totaux par la méthode de Dubois (1956) :

Avant de procéder au dosage des sucres totaux, une étape d'extraction à l'éthanol à 80% a été réalisée: 50 mL d'éthanol à 80% ont été additionnés à 2 g de poudre de graines. Le mélange a été agité pendant 2 h à température ambiante puis filtré et conservé à 4°C. Dans une série de tubes à essai, 200 µL d'extrait sont additionnés à 200 µL de phénol (5%) et à 1 mL de solution d'acide sulfurique concentrée (H₂SO₄). Le mélange a été chauffé au bain Marie à 100 °C pendant 5 min. Après refroidissement dans la glace fondante, la densité optique a été mesurée à 480 nm contre un blanc dans lequel 200 µL d'alcool à 80% remplace l'extrait brut. Un étalon est construit grâce à une gamme de concentration d'une solution mère de glucose à 1mg/mL. Les quantités sont exprimées en mg/g de poids sec. Vagner d'Alencar Arnaut de Toledo (2012).

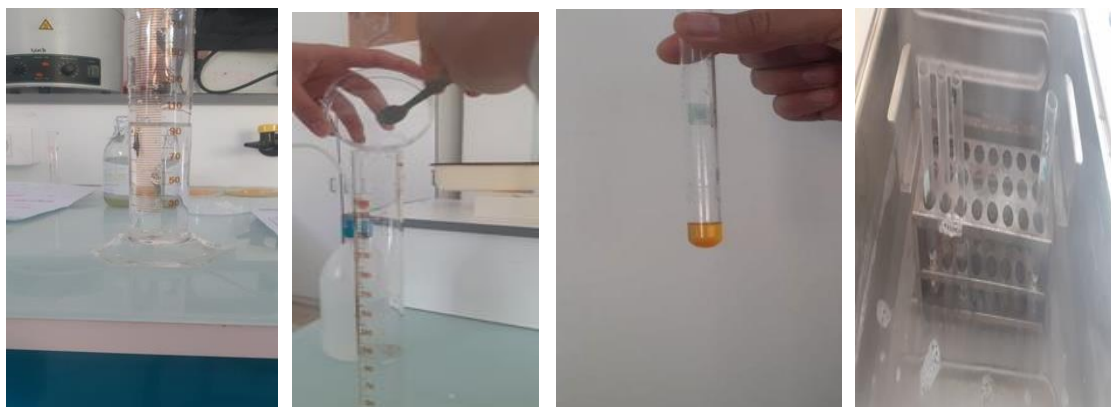


Figure 6 : dosage des sucres

5. Détermination du taux de fibre :

Une quantité d'échantillon (0,1 g) a été digérée pendant 30 min avec 10 ml d'acide chlorhydrique (5%) puis le mélange a été filtré et lavé avec de l'eau chaude. Le résidu a été digéré avec 10 mL d'hydroxyde de sodium (5%) sous reflux pendant 30 min, le mélange a été filtré et lavé à l'eau. La solution a ensuite été lavée avec 1mL d'alcool éthylique et 1mL d'éther éthylique, le résidu a été séché à 100 °C pendant 2 h et la masse résiduelle a été considérée comme des fibres (Mekhoukhe et al., 2018)

ii. Analyses phytochimiques des pelures de agrumes :

Dosage des substances bioactives :

1. Extraction des polyphénols :

Un erlenmeyer contenant 50ML d'éthanol à 50% et 1 g de poudre de pelure porté pour une extraction conventionnelle pendant 2 heures . Le contenu est ensuite filtré sur papier filtre wattman N°1. La fin de l'extraction est marquée par l'évaporation à sec du filtrat dans une étuve ventilée réglée à 40°C/48h. L'extrait sec est ensuite redissout dans le solvant d'extraction à la concentration souhaitée et conservé dans des flacons opaques à 4°C. Fadimu et al. (2020)

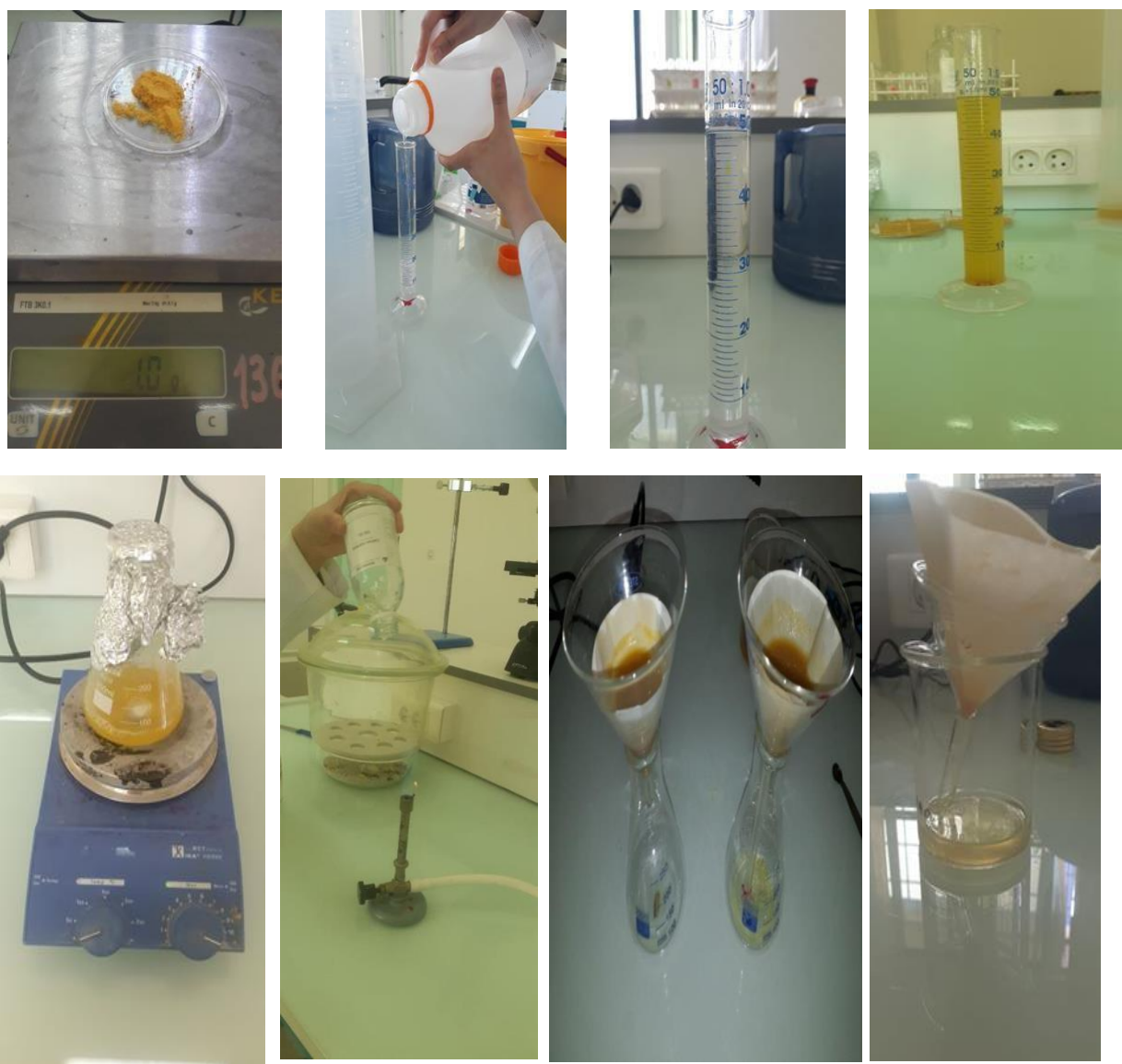


Figure 7 : Extraction des polyphénols

2. Dosage des polyphénols totaux :

Dans des tubes à essais, un volume de 100 μL de extrait a été mélangé avec 6 mL d'eau distillée de 500 μL de réactif Folin-Ciocalteu et de 1,5 mL d'une solution de carbonate de sodium à 20% et le volume total est ajusté à 10 mL avec l'eau distillée. Les tubes ont été agités et conservés pendant 1 heure à l'obscurité et à température ambiante et l'absorbance a été lue à 760 nm. Brahmi et al. (2015) Une courbe d'étalonnage a été réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l'acide gallique à différentes concentrations. La teneur en polyphénols totaux est exprimée en mg équivalent d'acide gallique de matière sèche d'échantillon (mg EAG/g MS).



Figure 8 : dosage des polyphénols

3. Dosage des flavonoïdes :

Dans des tubes à hémolyse, 1 mL d'extrait, a été additionné de 1 mL de solution de chlorure d'aluminium à 2%, le milieu est mélangé vigoureusement, incubé pendant 15 min, à l'obscurité et à température ambiante. Les absorbances ont été lues à une longueur d'onde de 430 nm. La teneur en flavonoïdes a été exprimée en mg équivalent Quercétine par g de matière sèche d'échantillon (mg EQ/g de MS) par référence à une courbe d'étalonnage. Brahmi et al. (2015)



Figure 9 : dosage des flavonoïdes

4. Dosage des caroténoïdes :

La poudre de pelure (1 g) a été additionnée de 10 mL du mélange hexane/acétone/éthanol (2/1/1). Après 30min d'agitation et séparation des deux phases, la phase supérieure, de couleur jaunâtre renfermant les caroténoïdes est récupérée. Le dosage des caroténoïdes totaux a été réalisé par spectrophotométrie à 420 nm. Les teneurs en caroténoïdes ont été exprimées en mg équivalent β carotène/100 g de matière sèche (MS). Une courbe d'étalonnage a été préparée avec du β -carotène (mg/mL). Sass-Kiss et al. (2005).

5. Evaluation des activités antioxydants des extraits par le test de DPPH :

Brahmi et al. (2015). Une série de dilutions a été préparée, puis chacune est additionnée par 1mL d'éthanol, suivie par un volume de 0,15mL de solution de DPPH. Un contrôle sans l'extrait a été préparé dans les mêmes conditions. Le tout a été incubé pendant une heure, à température ambiante et à l'obscurité. Les absorbances ont été mesurées à 517 nm contre l'éthanol comme un blanc et servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH• qui est proportionnel au pouvoir anti-radicalaire de l'échantillon.

Extraction des huiles essentielles:



Figure 10 : extraction de l'huile essentielle

1. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes

500 µl de l'extrait dilué de chaque l'huile essentielle (citron/orange « pur et commerciale ») avec 2500 µl de folin ciocalteu dilué 1/10, après l'agitation, le mélange est incubé pendant 3 minutes à température ambiante. Ajouter 2000 µl de Na₂CO₃ de 7.5%.

Les tubes sont ensuite placés dans un bain marie à 60°C pendant 5min, une fois refroidi l'absorbance est mesurée par un spectrophotomètre à 760nm. Le témoin est préparé de la même manière on remplace l'extrait par 500 µl d'éthanol.

Concernant les flavonoides ; 1000 µl de l'extrait dilué de chaque l'HE (citron/orange « pur et commerciale ») avec 1000 µl de solution de AlCl₃ 2%. Après 10 min d'incubation à température ambiante et à l'abri de la lumière, la lecture de l'absorbance est mesurée par un spectrophotomètre à 430nm. Le témoin est préparé de la même manière on remplace l'extrait par 1000 µl d'éthanol.

iii. Analyse microbiologique des huiles essentielles :

Microorganismes testés : (Staphylococcus aureus, Bacillus subtilisé et Escherichia coli)

1. Préparation des suspensions microbiennes :

Les souches utilisées sont déjà sous forme pastille, décongeler les souches bactériennes et inoculer dans un bouillon nutritif TSP et incubées à 43°C pendant 30min et à l'aide d'un densichek mesurer la concentration de chaque souche bactérienne : E. coli : 12*10⁸. Staphylococcus aureus : 9*10⁸. Bacillus subtilis : 3.6*10⁸.



Figure 11 analyses microbiennes.

II. Résultat et discussion

i. Etude phytochimique des extraits des déchets de citron et l'orange

1. Dosage de polyphénols :

Les concentrations des polyphénols totaux dans extrait phénolique et l'huile essentielles sont représentées dans la figure suivante :

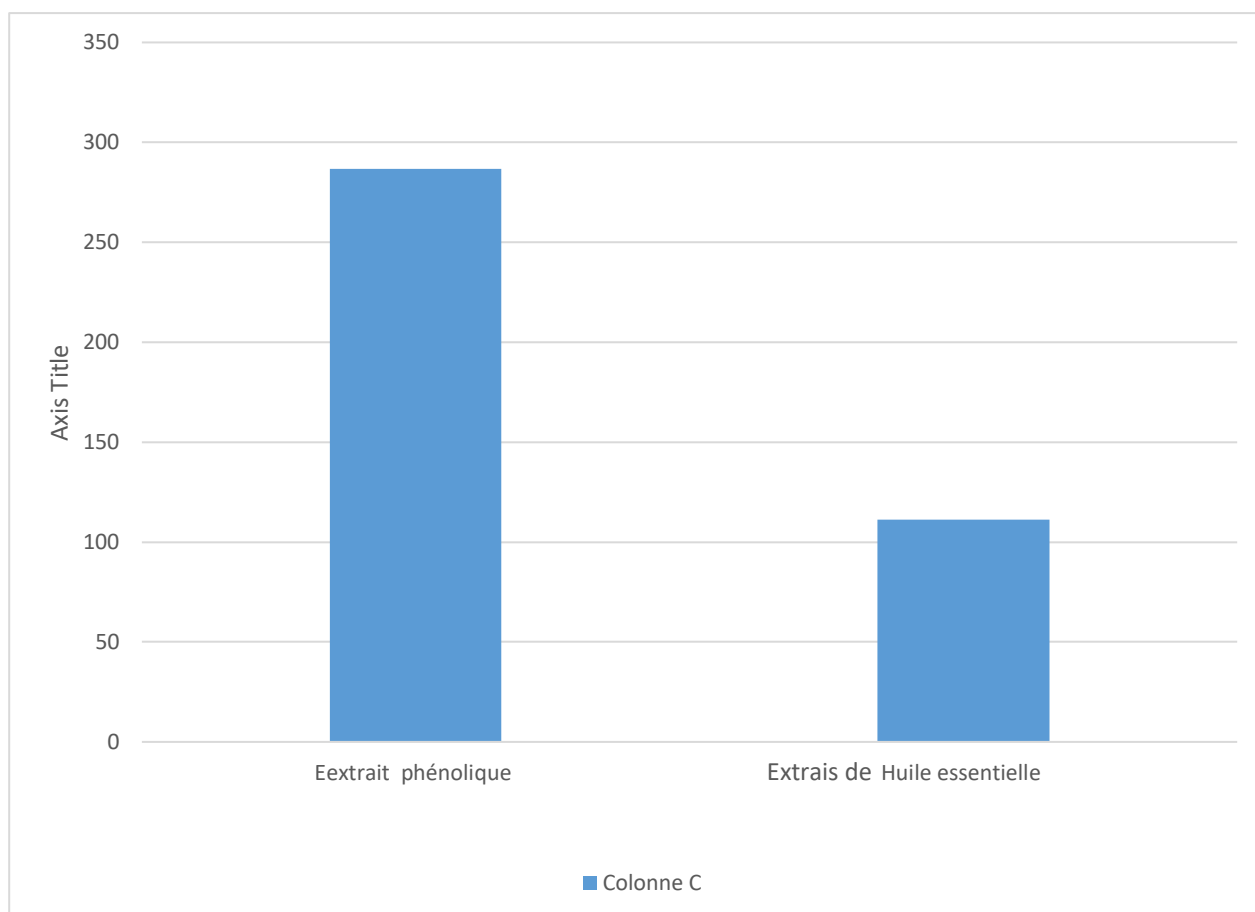


Figure 12 : taux de teneur en polyphénols d'extraits de citron

Les écorces de agrumes contunent très forts de polyphénols et de flavonoïdes. Les agrumes. La teneur phénolique totale (TPC) est plus élevée dans les écorces que dans la pulpe ou le jus des agrumes. Le TPC a été signalé dans la gamme de 131,0 à 223,2 mg/G MS. Les écorces de citrons 190 mg d'acide chlorogénique (ChA)/100 g FW, tandis que la partie comestible (fruits pelés) des citrons, des contenait des Total phenolic content de 164 mg ChA/100 g.

Selon Al-Juhaimi (Al-Juhaimi 2014) ecrive la reference L'écorce de citron a

présenté quantité de composés phénoliques (61,23 mgGAE/100 g). Selon [107] la disparité entre les résultats des différentes études et ceux obtenus dans cette étude peut être attribuée aux conditions de culture, au moment de la récolte, au type de fruit, à sa composition, à la saison, à la méthode d'extraction, au degré de maturation, ainsi qu'aux facteurs de croissance et aux conditions climatiques.

2. Dosages des Flavonoïdes

À partir de la courbe d'étalonnage, la concentration des flavonoïdes des extraits de citron *Citrus* de l'écore a été estimée par l'équation de la courbe étalonnage :

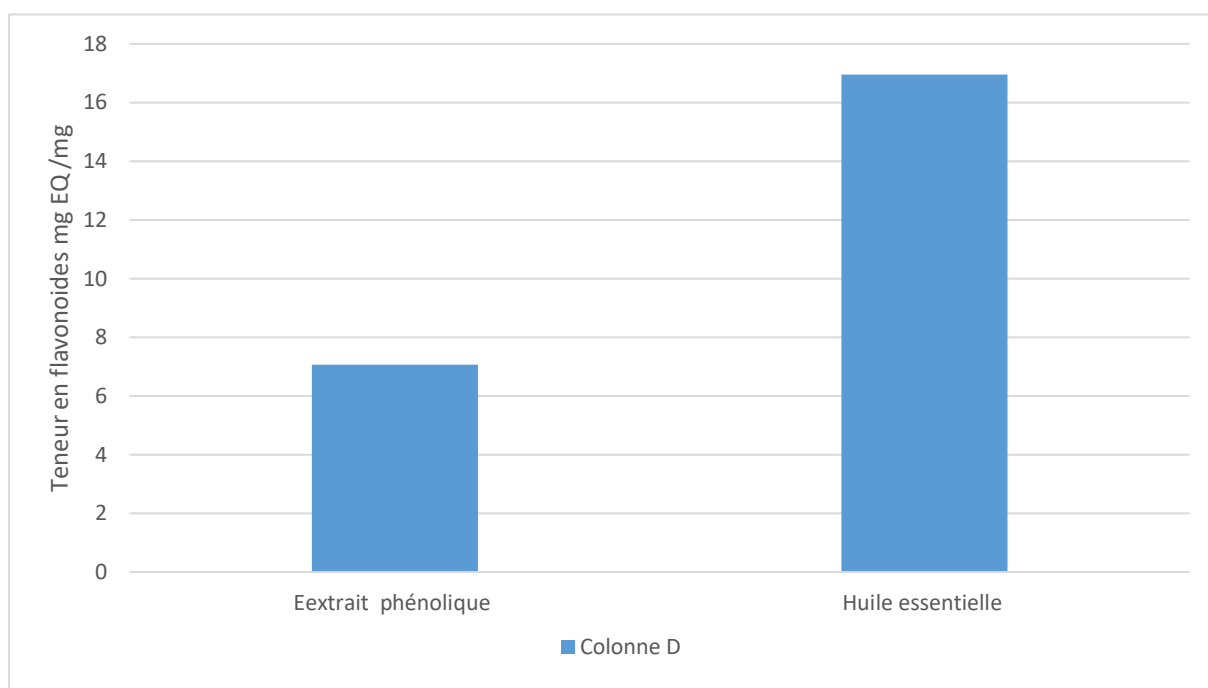


Figure 13 : taux de teneur en flavonoïdes d'extraits de citron

L'étude quantitative des extraits brutes (écorces) du Citrus au Moyen des dosages spectrophotométriques, selon la méthode de chlorure d'aluminium avaient pour objectif la détermination de la teneur totale des flavonoïdes. Les flavanones sont présentes dans l'alimentation humaine dans les tomates et certaines plantes aromatiques comme la menthe, mais elles ne sont présentes en grande quantité que dans les agrumes. La teneur totale en flavonoïdes variait de $32,7 \pm 1,06$ à $49,2 \pm 1,33$ mg/g db [32] qui est plus élevée par rapport

a notre valeur ; $16 \pm 0,023$ mg/g MS.

Concernant le taux des flavonoïdes des huiles essentielles des citron (figure) qui était de $7,054 \pm 1,02$ kg/g MS. Un niveau élevé de composants phénoliques et flavonoïdes a été trouvé dans l'HE de zeste de citron dans la présente étude qui est similaire à certains rapports précédents. Les composés phénoliques et flavonoïdes les composés de l'huile de zeste de citron C. dans cette étude peuvent être en corrélation avec l'activité antioxydant de l'HE.(Al-Juhaimi 2014)

Les variations des teneurs en ingrédients nutritifs des écorces des différentes variétés d'agrumes ou au sein de la même variété peuvent être attribuées à plusieurs facteurs tels que les facteurs pédoclimatiques (le type de sol, l'exposition au soleil et les précipitations génétiques (la variété) et agronomiques (la culture biologique, la production de fruits par arbre, l'état de maturation, la région de culture, la fertilisation, l'irrigation) (**DRAGOVIC-UZELAC *et al*, 2005 ; CAUSSE *et al*, 2007**)

ii. Étude physico-chimique des extraits phénoliques

Les résultats des caroténoïdes, sucre et les cendres sont regroupés dans la figure ci-dessous :

1. Dosage des caroténoïdes

Une concentration pondérale en caroténoïde explique l'intensité de coloration de l'écorce. Ou de la pulpe Les teneurs en caroténoïdes dans les extraits de écorces de citron selon [109] était de 0,85(frais) à 4,58 $\mu\text{g/g}$ qui plus inférer par rapport a la concentration retrouvée qui est de $23,45 \pm 0,045$ $\mu\text{g/g}$.

2. Dosage des sucres

En utilisant la courbe d'étalonnage, on calcule la concentration totale de sucre dans l'extrait decitron en utilisant l'équation suivante : $y = 0.0094X + 0,0108$

Avant d'ajouter les sucres, une extraction à 80 % d'éthanol a été réalisée en ajoutant 50 ml d'éthanol à la poudre de grains, en agitant pendant 2 heures, en filtrant et en conservant à 4°C. Le mélange a ensuite été chauffé à 100 °C pendant 5 minutes et la densité optique a été mesurée à 480 nm par rapport à une solution blanche.

Dans le citron, les taux de glucose, de fructose, de saccharose et de maltose peuvent différer par rapport à d'autres agrumes ou fruits. Cette comparaison peut souligner les particularités du citron en ce qui concerne son profil de sucre.

3. Taux de cendres

La teneur en cendres a été déterminée en pourcentage (%) selon la formule suivante :

$$\text{Cendres\%} = \frac{m1 - m2}{m_i} * 100$$

$m1 = 30 \text{ g}$

$m2 = 29.929 / 29.935 / 29.936 \text{ g}$

$m_i = 2 \text{ g}$

La quantité de cendres correspond à la quantité de produit qui reste dans le creuset après avoir été minéralisé, en rapport avec la masse sèche totale du produit. Les résultats obtenus sont la moyenne de quatre expériences.

Au regard de l'histogramme des cendres sur la figure, on constate que les teneurs en cendres des échantillons d'écorce de citron sont très proches à ceux obtenus par ui ont trouvé une teneur en cendre de 1,43%. (Boudraa and Benali 2017)

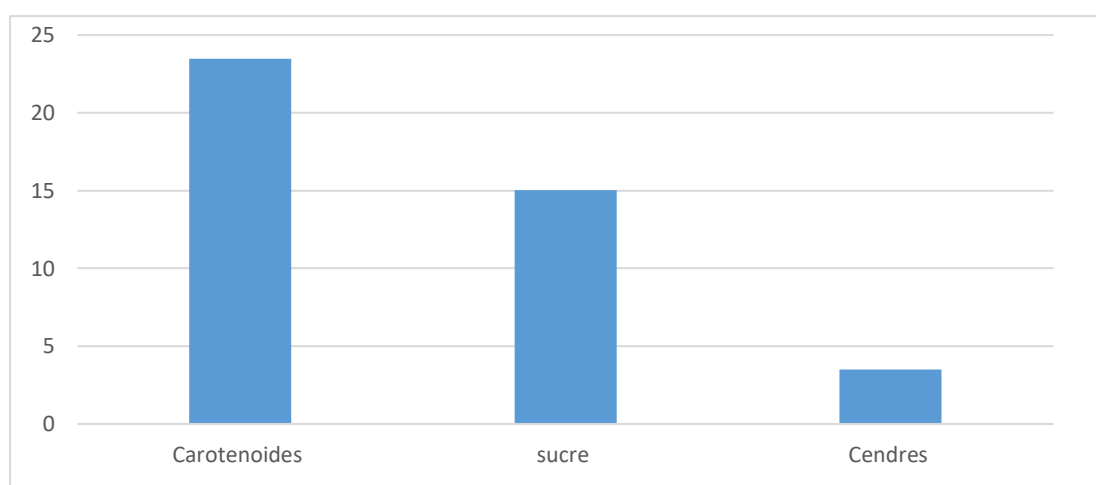


Figure 14 : taux en caroténoïdes, sucres et cendres d'extract de citron

4. Détermination de l'acidité titrable :

Un échantillon de 1 g a été ajouté à 20 ml d'eau distillée, homogénéisé et additionné de phénolphthalate pour déterminer son acidité, suivi d'un titrage avec une solution de NaOH sodique jusqu'au changement de couleur. On calcule par la formule suivante :

$$\text{Acidité (g/100g)} = (V * N (\text{NaOH}) * \text{EQ (A.T)}) / m * 100$$

On trouve l'acidité titrable 8% donc Comparé à d'autres agrumes, tels que les oranges ou les pamplemousses, le citron peut présenter une acidité titrable plus élevée, ce qui le rend plus titrable.

iii. Analyse microbiologiques :

Les résultats sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau 7 : les résultats d'analyse microbienne

SOUCHE	DIAMETRE D'INHIBITION
E. coli	4mm
Staphylococcus aureus	---
Bacillus subtilis	---

Les huiles essentielles ont une activité antibactérienne accrue contre Escherichia coli, avec des zones d'inhibition de 4 mm et des zones d'inhibition de 4 mm pour la psedomonase.

Les huiles essentielles ont un fort potentiel en tant qu'agents antimicrobiens naturels, cependant, leur utilisation doit être étudiée et ajustée en fonction des applications spécifiques et des concentrations nécessaires afin d'atteindre une efficacité optimale contre chaque type de bactérie.

L'analyse microbiologique des huiles essentielles de citron (et en général de toutes les huiles essentielles) est importante pour garantir leur qualité, leur sécurité et leur efficacité.

En résumé, l'analyse microbiologique des huiles essentielles de citron est essentielle pour garantir qu'elles sont exemptes de contaminants microbiens potentiellement nocifs, assurant ainsi leur qualité et leur sécurité pour une utilisation en aromathérapie, en cosmétique ou dans d'autres applications



Figure 15 : résultat d'analyse microbiologique

Conclusion

Conclusion :

L'objectif de notre travail est porté sur différents axes, L'extraction des polyphénols et les huiles essentielles d'écorces de quelques agrumes (Citron et l'orange) ainsi que l'étude photochimique et microbiologique.

La première partie est consacrée sur l'étude bibliographique approfondie sur les huiles essentielles en général, et la composition chimique des espèces étudiées, en particulier. La deuxième partie est portée sur les métabolites secondaires des espèces étudiée, cette partie à montrer que les espèces choisies sont très riche substances naturelles telles que les flavonoïdes et les huiles essentielles.

Les résultats obtenus sont très satisfaisants et confirme bien la richesse de ces huiles essentielles en composés aromatiques. L'évaluation de l'activité antioxydant par la méthode du DPPH à donner aussi une activité intéressante par rapport ou autre travaux et montre que l'activité antioxydant de l'huile de l'écorce de citron est plus forte que l'huile d'oranger.

Comme perspectives, la purification et la caractérisation des extraits phénoliques et les huiles essentielles extraits de *Citron ainsi que l'encapsulation innovante de ces substances* des travaux essentiels pour le futur. Les écorces d'agrumes comme celles de citron, d'orange, de mandarine ou de pamplemousse offrent plusieurs avantages et bénéfices.

References:

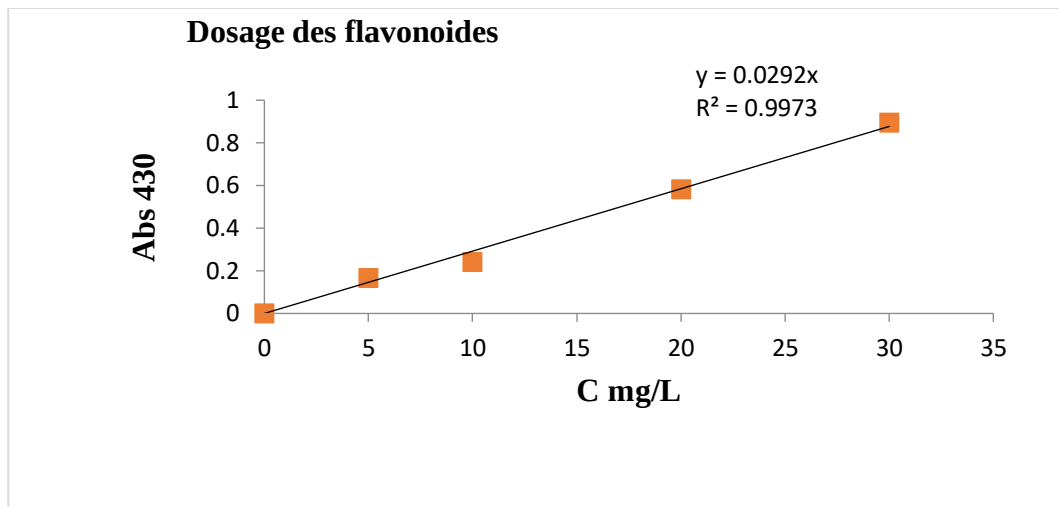
- AFNOR, F. (1993). "Association Francais de Normalisation Tour Europe Cedex 7 92049 Paris La Defense FRANKRIKE tel:+ 33 (1) 42 91 55 55 fax:+ 33 (1) 42 91 56 56 9 Bedömning och jämförelser av lösningsmedel i hushållens kemisktekniska produkter-Underlag för Naturskyddsföreningens arbete inom projektområdet Handla Miljövänligt." Anders Östman och Ulf Karlström.
- Al-Juhaimi, F. Y. (2014). "Citrus fruits by-products as sources of bioactive compounds with antioxidant potential." Pak. J. Bot **46**(4): 1459-1462.
- Bocco, A., M.-E. Cuvelier, H. Richard and C. Berset (1998). "Antioxidant activity and phenolic composition of citrus peel and seed extracts." Journal of agricultural and food chemistry **46**(6): 2123-2129.
- Boudraa, I. and S. E. Benali (2017). Etude comparative entre deux méthodes d'extraction de la pectine de l'écorce de deux variétés d'orange (Thomson et Sanguine), Université de Jijel.
- Chapot, H. (1962). "Trois citrus marocains." Al Awamia **2**: 47-81.
- Chapot, H. (1965). "Quelques varieties d'agrumes d'Iran." Al Awamia **15**: 91-109.
- Clevenger, J. (1928). "Apparatus for the determination of volatile oil." The Journal of the American Pharmaceutical Association (1912) **17**(4): 345-349.
- Dob, T., T. Berramdane and C. Chelgoum (2005). "Chemical composition of essential oil of Pinus halepensis Miller growing in Algeria." Comptes Rendus Chimie **8**(11-12): 1939-1945.
- Duoss-Jennings, H. A., T. B. Schmidt, T. R. Callaway, J. A. Carroll, J. M. Martin, S. A. Shields-Menard, P. R. Broadway and J. R. Donaldson (2013). "Effect of citrus byproducts on survival of O157: H7 and non-O157 Escherichia coli serogroups within in vitro bovine ruminal microbial fermentations." International journal of microbiology **2013**(1): 398320.
- Figueiredo, A. C., J. G. Barroso, L. G. Pedro and J. J. Scheffer (2008). "Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils." Flavour and Fragrance journal **23**(4): 213-226.
- Gershenzon, J. and N. Dudareva (2007). "The function of terpene natural products in the natural world." Nature chemical biology **3**(7): 408-414.
- Ledesma-Escobar, C. A. and M. D. L. de Castro (2014). "Towards a comprehensive exploitation of citrus." Trends in Food Science & Technology **39**(1): 63-75.
- M'Hiri, N. (2015). "Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur les phénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange «Maltaise demi sanguine» et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone." Tunis: Université de Lorraine.
- Mamma, D., E. Kourtoglou and P. Christakopoulos (2008). "Fungal multienzyme production on industrial by-products of the citrus-processing industry." Bioresource technology **99**(7): 2373-2383.
- Manach, C., A. Scalbert, C. Morand, C. Rémésy and L. Jiménez (2004). "Polyphenols: food sources and bioavailability." The American journal of clinical nutrition **79**(5): 727-747.
- Marín, F. R., C. Soler-Rivas, O. Benavente-García, J. Castillo and J. A. Pérez-Alvarez (2007). "By-products from different citrus processes as a source of customized functional fibres." Food chemistry **100**(2): 736-741.
- Maxwell, E. G., N. J. Belshaw, K. W. Waldron and V. J. Morris (2012). "Pectin—an emerging new bioactive food polysaccharide." Trends in Food Science & Technology **24**(2): 64-73.
- Mirzaei-Aghsaghali, A. and N. Maheri-Sis (2008). "Nutritive value of some agro-industrial by-products for ruminants-A review." World J. Zool **3**(2): 40-46.
- Mouly, P. P., C. R. Arzouyan, E. M. Gaydou and J. M. Estienne (1994). "Differentiation of citrus juices by factorial discriminant analysis using liquid chromatography of flavanone glycosides." Journal of Agricultural and Food Chemistry **42**(1): 70-79.
- Nicolosi, E., Z. Deng, A. Gentile, S. La Malfa, G. Continella and E. Tribulato (2000). "Citrus phylogeny and genetic origin of important species as investigated by molecular markers." Theoretical and Applied Genetics **100**: 1155-1166.
- Ollitrault, P. (2006). Organisation et déterminants de la variabilité phénotypique chez les agrumes; implications sur les stratégies d'amélioration variétale, Université de Corse Pascal Paoli.
- Ollitrault, P., D. Dambier, F. Luro and Y. Froelicher (2007). "Ploidy manipulation for breeding seedless triploid citrus." Plant breeding reviews **30**: 323-352.

Rafiq, S., B. Singh and Y. Gat (2019). "Effect of different drying techniques on chemical composition, color and antioxidant properties of kinnow (*Citrus reticulata*) peel." Journal of food science and technology **56**: 2458-2466.

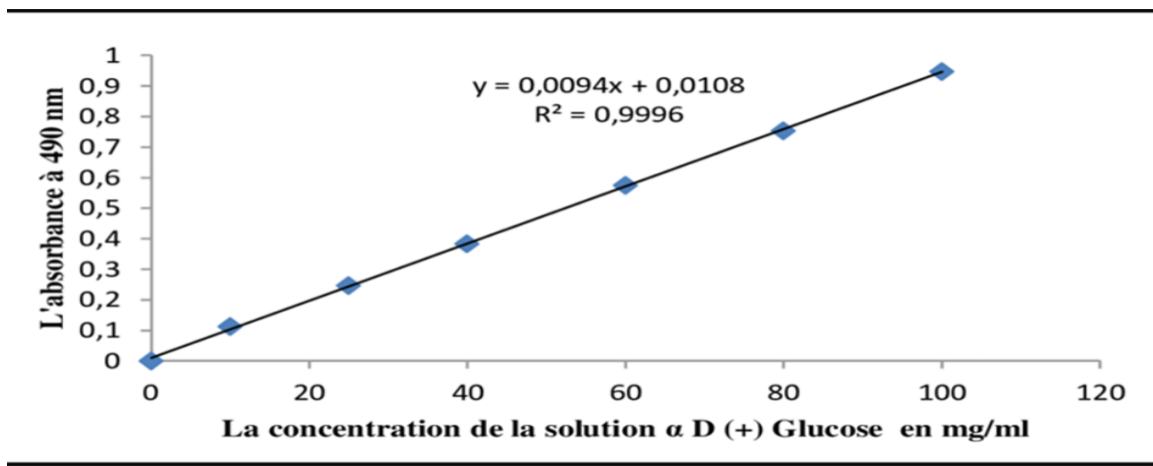
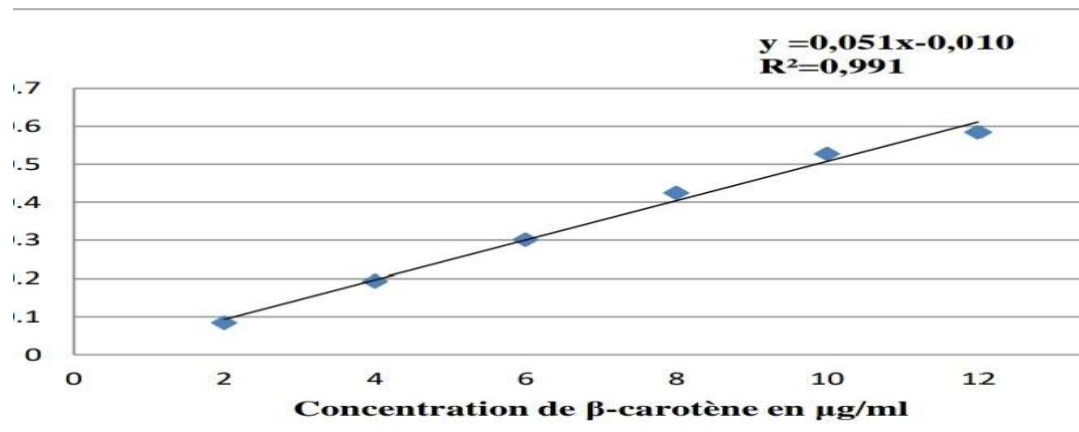
Tripodo, M. M., F. Lanuzza, G. Micali, R. Coppolino and F. Nucita (2004). "Citrus waste recovery: a new environmentally friendly procedure to obtain animal feed." Bioresource Technology **91**(2): 111-115.

Zhou, W., W. Widmer and K. Grohmann (2008). Developments in ethanol production from citrus peel waste. Proceedings of the Florida State Horticultural Society.

Annexe :



ge des caroténoïdes



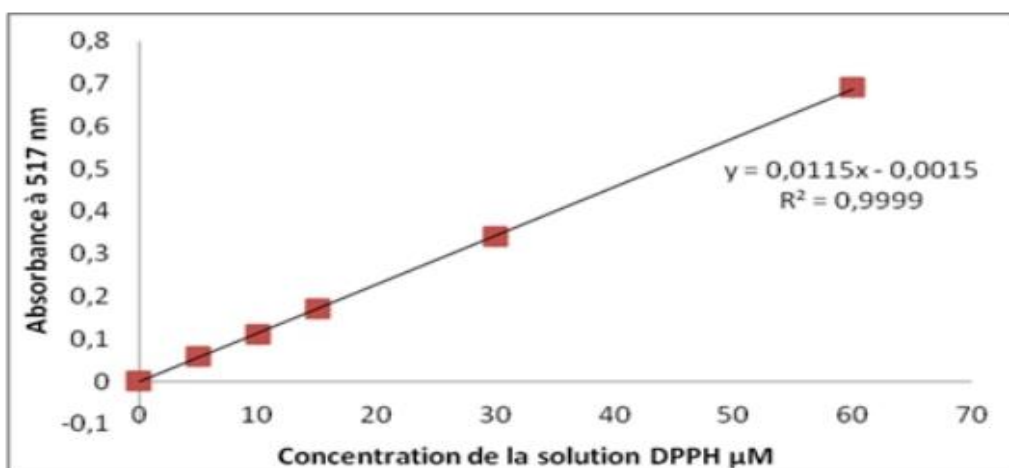


Figure 1. Courbe d'étalonnage de la solution de DPPH

