

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

République Algérienne Démocratique et populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

جامعة محمد الصديق بن يحي -جيجل-

Université Mohammed Seddik Ben Yahia-Jijel-

Faculté des Sciences de la nature et de la vie
Département Microbiologie Appliquée et
sciences alimentaires

كلية علوم الطبيعة و الحياة
قسم : ميكروبيولوجيا تطبيقية و علوم التغذية



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme : Master Académique en biologie

Option : Contrôle de qualité des produits alimentaires.

Thème

Valorisation de l'écorce d'orange sanguine

Membres de Jury

Présidente : Mme BEKKA-HADJI F

Examinatrice : Mme DJABALI S

Encadrant : Dr DAIRI S

Présenté par :

- Melle ABDELHADI MAYA

-Melle BOUCHEFRA DJAWHARA

Année Universitaire 2016-2017

Numéro d'ordre (bibliothèque) :



Remerciements

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères tout d'abord au bon DIEU de nous avoir donné le courage, la santé et toute la patience qui nous ont été utiles tout au long de notre parcours.

Nos remerciements vont également au:

membres du jury, La présidente du jury Mdm BEKKA de nous avoir fait l'honneur de présider le jury. Egalement Mdm. DJABALI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Notre promoteur DR. DAIRY.S d'avoir accepté de nous encadrer, pour son suivi, ses conseils, ses orientations et sa précieuse aide.

A toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire

Djohra et Maya



Dédicaces

*A ceux qui m'ont tout donnés sans rien en retour
A ceux qui m'ont encouragés et soutenus dans les moments les
plus difficiles
Et ceux à qui je dois tant*

Mon père, mon ange gardien

*À ma mère, la lumière de ma vie
J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les
honorer et leur rendre ce qu'ils méritent.*

*À mes chères sœurs (Meryem, et Rabiha)
mon aide dans le parcours de ma vie.
Mon frères, ma joie et ma fierté, que Dieu le garde et le
protège Abdelmalek*

A ma chère grande mère

A mes tendres tentes Nabila, Houda et Zoubida

A mon unique oncle Mohamed elhadi

A Toute ma famille

A mes proches

*A ceux qui m'ont soutenu de loin et de près
A mon binôme Maya et sa famille.*

A mon amie (Zineb)

A toute la promotion de contrôle de qualité des produits alimentaires 2017



Dédicaces

*Je dédie ce mémoire à ma mère, qui m'a encouragé à aller de l'avant et
qui m'a donné tous son amour pour reprendre mes études*

A la mémoire de mon père...qui nous a quitté voilà dix ans

A mes sœurs : Rachida, Houda, Youssra, Farah, Amina et son enfant Teim

A Mon frère : Islam

Une spéciale dédicace à un ami qui m'a vraiment aidé Nassim

*A ma meilleure amie Meriem et tous mes camarades de la promotion
2017*

A ma binôme Djohra et l'ensemble de sa famille

A ma famille et toutes les personnes que j'aime

Maya ABDELHADI

Figure 1. Schéma illustrant la production de déchets et de sous-produits	3
Figure 2. Production mondiale des fruits et légumes	3
Figure 3. Coupe transversale et schéma explicatif d'une orange sanguine.....	9
Figure 4 . Diagramme de transformation de l'orange	11
Figure 5. Matériels utilisé pour le séchage	14
Figure 6. Photographie d'un colorimètre	21
Figure 7. Poudres obtenues après séchage	21
Figure 8. Protocole du test pouvoir réducteur	27
Figure 9. Cinétique de séchage de l'écorce d'orange par microonde	28
Figure 10. Temps de séchage en fonction des puissances appliquées.....	28
Figure 11. Corrélation entre le temps de séchage et la puissance	29
Figure 12. Effet du séchage par microonde sur la teneur en polyphénols en fonction des différentes puissances.....	31
Figure 13. Corrélation entre les polyphénols et la coloration	32
Figure 14. Taux d'humidité des poudres séchées (à l'étuve et aux micro-ondes).	33
Figure 15. Activité anti radicalaire d'extrait d'orange sanguine.....	36
Figure 16. Pouvoir réducteur de l'extrait d'écorce d'orange (sanguine)	36
Figure 17. Teneur en polyphénols totaux des huiles enrichies et non enrichies.	38
Figure 18. Pouvoir antioxydant de l'huile enrichie et l'huile non enrichie.....	39
Figure 19. Evolution de l'indice de peroxyde au cours du chauffage	39
Figure 20. Coefficients d'extinctions K_{232} (a) et K_{270} (b)	40
Figure 21. Teneur en caroténoïdes (a) et en chlorophylles (b) des huiles enrichies et non enrichie	41
Figure 22. Teneurs en extrait sec des boissons (Brix).....	43
Figure 23. Comparaison de l'acidité titrable (%) des échantillons de boissons	44
Figure 24. Teneur en polyphénols (a) et en anthocyanes (b).	45
Figure 25. Test scavenger du radical DPPH.....	46
Figure 26. Pouvoir réducteur des boissons enrichies et non enrichies	47
Figure 27. Couleurs des trois jus obtenu	48

Tableau.1. quantité des sous-produits issus de la transformation des fruits et légumes.....	4
Tableau.2. Exemple de valorisation de sous-produits des industries alimentaire	4
Tableau.3. structure des principaux polyphénols des fruits et légumes.....	6
Tableau.4. Quelques sources naturelles des flavonoïdes.	7
Tableau.5 Teneur en caroténoïdes dans les fruits et légumes	8
Tableau.6. principaux composants de l'orange sanguine	10
Tableau.7. composition biochimique de l'écorce d'orange sanguine.	12
Tableau.8. Résumé de quelques travaux de valorisation des sous-produits de l'orange sanguine	13
Tableau.9. Composition phyto-chimique de la poudre séchée a 640 W	33
Tableau.10. Détermination du pH des trois échantillons étudié	42
Tableau.11. teneur en minéraux ou le taux de cendres %	44
Tableau.12. paramètres de la couleur des jus.....	47

I : la longueur de la cellule de mesure en cm

S : seconde

g/L : gramme par litre

T : trajet optique

N : normalité

M : masse molaire

W : watt

Abs : absorbance

ϵ : le coefficient d'extinction molaire

UV : ultraviolet

V : volume

AGL : Acide Gras Libre

M_{eq} : masse équivalente

C α : Chlorophylle a

C β : Chlorophylle b

DF : le Facteur de Dilution

K₂₃₂ : coefficient d'extinction spécifique à la longueur d'onde 232nm

K₂₇₀ : coefficient d'extinction spécifique à la longueur d'onde 270nm

Ip : Indice de peroxyde

IC : Intensité Colorante

EAG: Equivalent d'Acide Gallique

mg EAG/Kg : milligramme équivalent d'acide gallique par kilogramme

rpm : rotation par minute

A_w : Activité de l'eau.

H% : Taux d'humidité en %

KI : Iodure de potassium

DPPH : 1,1-diphenyl-2-picryl-hydrazyl

CPT : Composés Phénolique Totaux

PT : Polyphénols Totaux

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction 1

Partie bibliographique

I. Généralités sur la valorisation des sous-produits agroalimentaires 2

I.1.1. Valorisation des sous-produits agroalimentaire 2

I.1.2. Importance de la valorisation 2

I.2. Sous-produits des fruits et légumes 3

I.2.1. Définition 3

I.2.2. Production des fruits et légumes 3

I.2.3. Production mondiale des sous-produits 4

I.3. Voies de valorisation des sous-produits 4

I.3.1. Voies de valorisation générales 4

I.3.2. Valorisation par récupération des composés d'intérêts 6

I.3.1.1. Antioxydant 6

I.3.1.2. Valorisation par production d'enzymes 8

II. Généralités sur l'orange sanguine 9

II.1. Orange sanguine 9

II.1.1. Description 9

II.1.2. Classification botanique 9

II.1.3. Composition biochimique 10

II.2. Technologie de transformation des oranges 10

II.3. Sous-produits de transformation de l'orange 11

II.3.1. Graine 12

II.3.2. Peau 12

II.4. Voie de valorisation des sous-produits de l'orange sanguine 12

Partie pratique

I. Matériel et méthodes

I.1. Matériel utilisé 14

I.1.1. Appareillage 14

I.1.2. Produits chimiques 14

I.2. Matériel végétal.....	15
I.2.1. Ecorce de l'orange sanguine	15
I.2.2. Huile végétale AFIA	15
I.3. Préparation du matériel végétal	15
I.3.1. Cinétique de séchage.....	15
I.3.2. Broyage et tamisage	16
I.4. caractérisation de la poudre de l'écorces de l'orange	16
I.4.1. Analyse phytochimique	16
I.4.1.1. Procédures d'extraction des composés phénoliques	16
I.4.2.2. Dosage des composés phénolique totaux	16
I.4.2.3. Dosage des flavonoïdes	17
I.4.4. Dosage des anthocyanes	17
I.4.4.1. Dosage des anthocyanes par les méthodes du pH différentiel	17
I.4.4.2. Dosage des anthocyanes par la méthode HCl.....	18
I.4.5. Dosage des chlorophylles α , β et des caroténoïdes	18
I.4.6. Test de mesure du pouvoir antioxydant	19
I.4.7. Extraction de la pectine.....	20
I.5. Détermination des paramètres physique de la poudre.....	20
I.5.1. Détermination du taux d'humidité.....	20
I.5.2. Analyse des paramètres de la poudre	19
I.6. Valorisation de l'écorces de l'orange autant antioxydant dans l'huile..	21
I.6.1. Enrichissement d'une huile végétale	21
I.6.2. Paramètres physico-chimiques de l'huile	22
I.6.2.1. Extraction des polyphénols de l'huile enrichie	22
I.6.2.2. Dosage des polyphénols totaux	22
I.6.2.3. Dosage des caroténoïdes et chlorophylles de l'huile	22
I.6.2.4. Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements UV ..	23
I.6.2.5. Détermination de l'indice de peroxyde	23
I.6.2.6. Activité antioxydante de l'huile par le test DPPH	24
I.6.3. Evaluation de la stabilité thermique de l'huile	24
I.7. Valorisation par enrichissement d'une boisson type cherbet	25
I.7.1. Procédure de préparation d'une boisson enrichie	25
I.7.2. Mesure de pH	25
I.7.3. Détermination de l'acidité titrable	25

I.7.4.Détermination du l'extrait sec	26
I.7.5.Détermination de la teneur en cendres	26
I.7.6.Dosage des anthocyanes et polyphénols totaux	26
I.7.7.Analyse spectrométrique de la couleur	26
I.7.8.Test de mesure du pouvoir antioxydant	27
I.7.8.1.le test DPPH.....	27
I.7.8.2.Pouvoir réducteur	27
<i>II. Résultats et discussion.....</i>	<i>28</i>
II.1.Cinétique de séchage	28
II.2.Effet du séchage par microonde et étuve sur la teneur en polyphénols.....	30
II.3.Analyse colorimétrique des poudres obtenues	31
II.4. Analyse spectrophotométrique de la couleur	32
II.5.Humidité.....	32
II.6.Caractérisation de la poudre obtenue	33
II.6.1.Analyse phyto-chimique	33
II.6.2.Détermination de l'activité antioxydant.....	35
II.6.2.1. Pouvoir de piégeage du radical DPPH	36
II.7.Enrichissement de l'huile végétale avec l'écorce.....	37
II.7.1.Caractérisation phytochimique.....	38
II.7.1.1.Polyphénols totaux	38
II.7.1.2.Evaluation du pouvoir antioxydant	39
II.7.2.Evaluation de la stabilité thermique de l'huile témoin et enrichie	39
II.7.2.1. Indice de peroxyde	39
II.7.2.2.Indice d'extinction spécifique.....	40
II.7.2.3.Dosage des caroténoïdes et des chlorophylles.....	41
II.8.Caractérisation de la boisson cherbet enrichi	42
II.8.1.Détermination du pH	44
II.8.2.Détermination du degré Brix	43
II.8.3.Détermination de l'acidité titrable	43
II.8.4.Détermination des cendres	44
II.8.5.Dosage des composées bioactifs.....	45
II.8.6.Evaluation de l'activité antioxydante	45
II.8.6.1.Test DPPH.....	45

II.8.6.1.Pouvoir réducteur 46

II.8.7.Analyse de la couleur 47

5- Conclusion 49

Références bibliographie

Annexes

Résumé

Introduction

Les fruits sont intégrés dans l'alimentation humaine quotidienne depuis toujours. Ayant des couleurs, des goûts et des arômes très attirants, ils constituent un des éléments essentiels du régime alimentaire. Frais ou sous forme de produits transformés, les fruits constituent une source inépuisable de nutriments dont les métabolites secondaires sont parmi les plus importants (Grigoraş,2012)

Les sous-produits de l'industrie de transformation des fruits et légumes ont actuellement un grand intérêt pour la nutrition animale et humaine parce qu'ils sont des excellentes sources d'antioxydants naturels en grande partie sous forme de caroténoïdes, composés phénoliques et acide ascorbique (Chanforan, 2010). L'isolement et la caractérisation de ces composés connus généralement sous l'appellation de « composés bioactifs » à partir des sous- produits de ces fruits et légumes, constituent un sujet de recherche très actuel. De nombreuses études explorent aujourd'hui la possibilité de leur transformation en ingrédients incorporables dans différents produits alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques. Cet intérêt particulier est dû au fait qu'au cours des dernières années, les hommes ont commencé à se réorienter vers l'utilisation de produits naturels au détriment de ceux issus de la synthèse chimique. Les multiples effets bénéfiques de ces composés issus de sources naturelles sont attribués à leurs diverses activités biologiques (antioxydante, antimicrobienne, antivirale, anti inflammatoire etc.). (Chanforan, 2010)

Donc, cela constitue l'objectif de ce travail qui vise à démontrer que l'écorce de l'orange sanguine contient des substances bioactives en vue de leur utilisation ultérieure dans divers domaines.

Ce mémoire est donc structuré en différentes parties dont :

La première partie est scindée en deux chapitres ; l'un est consacré à un bref rappel bibliographique sur la valorisation, le deuxième traite l'approche théorique sur l'orange sanguine. En deuxième lieu, l'étude de l'influence des procédés de séchage sur la composition en substances bioactives de l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) ainsi que sur la couleur des échantillons séchés. L'analyse des extraits obtenus afin d'identifier les composés bioactifs, le fractionnement des extraits afin de simplifier et de séparer les différentes familles de composés, l'étude des activités antioxydantes des extraits. Finalement, des essais de valorisation de l'écorce séchée autant antioxydant dans l'huile à friture, possibilité d'amélioration de la qualité nutritionnelle d'une boisson consommée localement 'Cherbet'.

Partie
Bibliographique

I. Généralités sur la valorisation des sous-produits agroalimentaires

I.1. Valorisation des sous-produits agroalimentaire

I.1.1. Définition de la valorisation

La valorisation est une démarche ayant pour objet de diminuer les quantités de déchets agricoles, domestiques ou industriels à stocker, à mettre en décharge ou à éliminer d'une façon ou d'une autre (**Ramade, 2008**). C'est le processus de création de la valeur à partir des déchets, en fabriquant un produit adapté pour l'utilisation économique et sociale. Ce processus est réalisé par des méthodes chimiques et biotechnologiques en ce qui concerne les déchets alimentaires et les sous-produits de transformation des aliments (**Chandrasekaran, 2013**).

L'agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (**ADEME**) définit la valorisation comme "le réemploi, le recyclage ou toute autre action visant à obtenir, à partir de déchets, des matériaux réutilisables ou de l'énergie".

Selon la **loi algérienne N°01-19 du 12/12/2001** relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, la valorisation des déchets est toutes les opérations de réutilisation, de recyclage ou de compostage des déchets.

I.1.2. Importance de la valorisation

Selon plusieurs auteurs, la valorisation des déchets revêt une grande importance de point de vue économique et écologique.

Pour **Guillou (2013)**, la valorisation des déchets permet de diminuer le volume des déchets ultimes, réduire le potentiel polluant du déchet dans des conditions contrôlées, résoudre le problème de pollution, améliorer les propriétés agronomiques des matières organiques et diminuer leurs impacts environnementaux et sanitaires.

La valorisation a également une grande importance du point de vue économique, selon **Addou (2009)** la valorisation permet de donner de la valeur financière à un matériau usagé, une économie de matières premières (fourrage comme complément alimentaire dans l'alimentation animale) ou une économie d'énergie (déchets des fruits et légumes destinés à la production de méthane) et même de réaliser un nouveau matériau ou produit de qualité égale ou supérieure.

I.2. Les sous-produits des fruits et légumes

I.2.1. Définition

Selon [Chandrasekaran \(2013\)](#), les sous-produits sont des produits formés pendant le traitement de la génération du principal produit, Ils sont non intentionnels et non prévisibles, et accidentels. Ils peuvent être considérés comme le gaspillage à la source originale de génération, mais pourrait être considéré comme un produit dans un autre contexte.

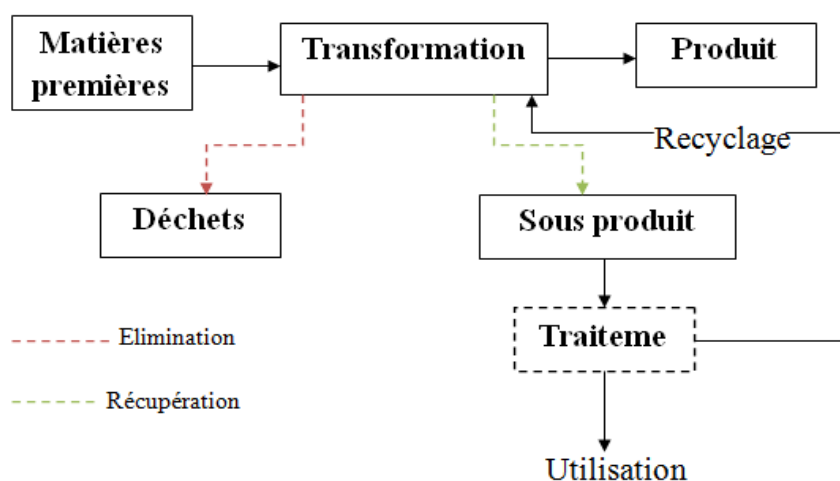


Figure.I.1. Schéma illustrant la production de déchets et de sous-produits ([Grigoraş, 2012](#)).

I.2.2. Production des fruits et légumes

Selon la société **Agrarmarkt Informations-Gesellschaft mbh (AMI), Bonn**, la production mondiale des fruits et légumes a atteint en 2016 environ 1,23 milliard de tonnes de légumes et près de 800 millions de tonnes de fruits. Dans le commerce transfrontalier des produits frais, près de dix pour cent de la production mondiale de fruits et près de quatre pour cent de la production mondiale de légumes sont exportés.

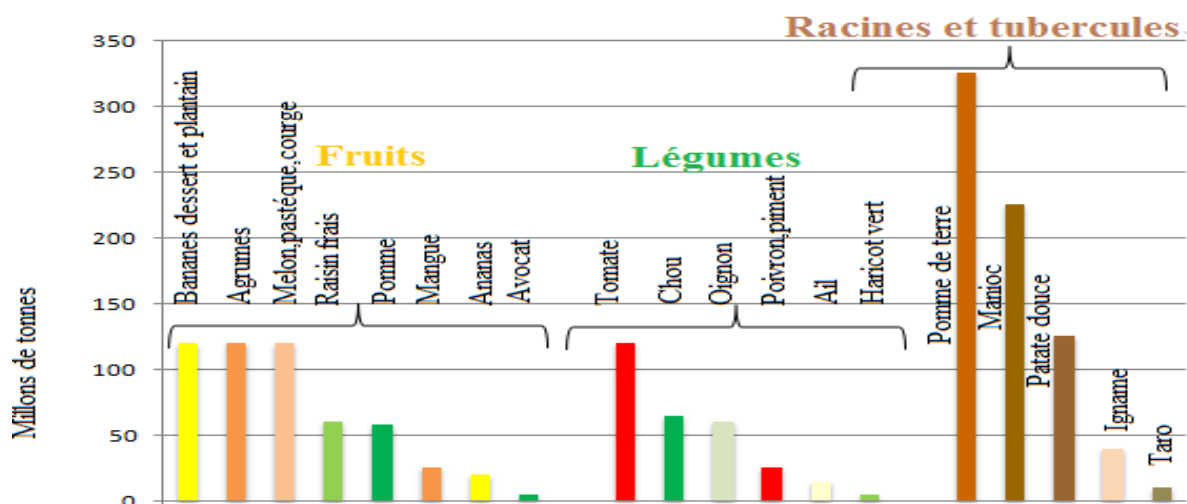


Figure.I.2. Production mondiale des fruits et légumes (million de tonnes) ([AMI](#))

I.2.3. Production mondiale des sous-produits

La production des sous-produits ne cesse d'augmenter vu l'extension et le développement perpétuel de la technologie de transformation des fruits et légumes. D'après l'analyse du tableau ci-dessous, la quantité des déchets peut représenter jusqu'à 50% du poids du fruit (cas de l'orange) et la quantité de déchet générée est estimée à approximativement 15 million de tonnes. (Chandrasekaran, 2013)

Tableau.1. La quantité des sous-produits issus de la transformation des fruits et légumes (Chandrasekaran, 2013)

Fruit ou légume	Production annuelle (million de tonne Mt)	Production/fruit transformé (%)	Déchets annuels (million de tonne Mt)
Orange et autre	31.2	50	15.6
agrumes	12.0	25-35	3.0-4.
Pomme	1.7	NA	
Poire	1.0	NA	
Pêche	50	15-20	5-9
Le raisin	30	30	9
Banane	1.0	30	<0.3
Kiwi	30.0	3-7	0.9-2.1
Tomate	150	15-45	22-67
Pomme de terre	6.5		
carotte	23.6	30-40	<10

I.3. Voies de valorisation des sous-produits

I.3.1. Les voies de valorisation générales

Pour répondre aux soucis environnementaux concernant la valorisation des sous-produits, l'industrie de la transformation des fruits et légumes est souvent confrontée à plusieurs solutions qui sont résumées dans le tableau I.

Tableau.2. Exemple de valorisation de sous-produits des industries alimentaire (Stellman, 2000)

Méthode :	Exemple :
Digestion anaérobie	<ul style="list-style-type: none"> Digestion par des populations mélangées de bactéries dégageant du méthane et du CO₂

	<ul style="list-style-type: none"> • Marc de pommes, pulpe d'abricots, déchets de pêches et de pores, pelures d'oranges
Alimentation animale	<ul style="list-style-type: none"> • Utilisation directe, à l'état pressée ou desséché, comme fourrage (ensilage) ou comme complément alimentaire • Grande variété de déchets issus du traitement des fruits et des légumes • Pailles de céréales additionnées d'une substance caustique destinée à en améliorer la digestibilité
Compostage	<p>Procédé microbiologique naturel permettant la décomposition de matières organiques dans des conditions aérobies contrôlées</p> <ul style="list-style-type: none"> • Résidus de brasserie déshydratés • Grande variété de déchets de fruits et de légumes • Résidus gélatineux
Fibres alimentaires	<p>Valorisation des déchets organiques solides par filtration et hydratation</p> <ul style="list-style-type: none"> • Fibres de marc de pomme ou de poires utilisé en boulangerie et dans l'industrie pharmaceutique • Balles d'avoine et d'autres céréales
Fermentation	<p>Mélange d'amidonne sucre et de substances alcoolisées</p> <ul style="list-style-type: none"> • Biomasse (déchets agricoles, bois, ordures ménagères) destinée a la production d'éthanol • Résidu de pomme de terre destinée a la production de méthane • Sucre provenant de l'amidon de maïs destiné à la production de matières plastiques biodégradables
Incinération	<p>Utilisation de la biomasse en tant que combustible</p> <ul style="list-style-type: none"> • Noyaux, feuilles, noix, coquilles, et branches élaguées destinés à la combustion ou à la production combinée d'électricité et de chaleur
Pyrolyse	<p>Transformation des coquilles de fruits secs et des noyaux de fruits en briquettes de charbon de bois</p> <ul style="list-style-type: none"> • Noyaux de pêches, d'abricots et d'olives, coques d'amandes et coquilles de noix
Amendement des sols	<p>Application sur les sols de fertilisants pauvres en nutriments et en matières organiques</p> <ul style="list-style-type: none"> • Pêches, paires, tomates

Il y a d'autres voies de valorisation des sous-produits des industries de transformation des fruits et légumes :

I.3.2. Valorisation par récupération des composés d'intérêts

Les sous-produits issus de l'industrie de la transformation des fruits et légumes sont une source importante de substances bioactives tels que les antioxydants (poly phénols, caroténoïdes).

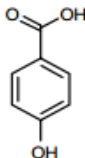
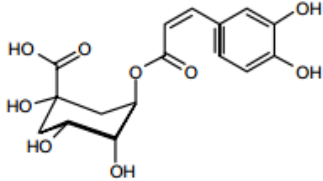
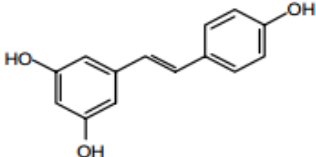
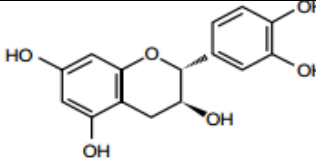
I.3.1.1. Antioxydant

Ce sont des substances qui regroupent un certain nombre de molécules (Vitamine A, E, C, minéraux, caroténoïdes c'est-à-dire des pigments végétaux contenus dans les fruits et légumes a coloration orangée, polyphénols. Ces substances peuvent lutter contre la production excessive de radicaux libres (Robert, 2014).

a- Polyphénols

Les sous-produits des fruits et légumes, sont des sources importantes de polyphénols, dont il existe plus de 4000 molécules différentes. Les plus connus sont la quercitine de l'oignon, la naringénine et l'héspéridine des agrumes (permettrait d'inhiber la prolifération des cellules cancéreuse) mais la totalité contient notamment des flavonoïdes (Schlienger, 2014).

Tableau.3. Structure des principaux polyphénols des fruits et légumes (Mehinagic et al, 2011).

Famille	Exemple	Formule	Source
Acides hydroxybenzoïques	Acide parahydroxybenzoïques		fraises
Acides hydroxycinnamiques	Acide cis-5-O-caféylquinique (acide chlorogénique)		Pruneaux pommes
stibénoïdes	transresvératril		Raisin
flavonoïdes	(+) -caréchine		Raisin

b- Les flavonoïdes

Les flavonoïdes est une grande famille de composés poly phénoliques, généralement présents dans les aliments végétaux. Ils présentent en général une structure de type $C_6C_3C_6$. Ils démontrent une large gamme d'activités biochimiques et pharmacologiques, telles qu'antioxydants, anti-cancer, anti-inflammatoires (Sun et al, 2017).

Tableau.4. Quelques sources naturelles des flavonoïdes (Ghedira ,2005).

Flavonoïde	Source	Flavonoïde	Source
Flavones Apigénine	le persil, l'oignon, le céleri, pamplemousse.	Flavonols glycosylés Rutine (rutoside)	Les fraises, Les épinards, Les choux fleurs ;
Flavones glycosylés Baicaline Kaempférol Myricitine	Scutellaria Fraises, raisin	Flavan-3-ols Catéchine	Fève, Fraises
Isoflavones génistéine	Soja	Flavanones Naringéine	Agrumes

c- Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments naturels, largement réponsus dans la nature et à l'origine de teints brillantes : jaune, orange et rouge de nombreux fruits comestibles (citrons, pêches, abricots, oranges, fraises, cerises...), de légumes (carottes, tomates...), de champignons (girolle), de fleurs ; ils sont aussi présents dans les produits animaux : œufs, homards, langoustes, poissons divers (Mackinney, 1962). Parfois cette couleur peut être masquée par la chlorophylle verte

Les fruits et légumes ont une teneur élevée en caroténoïdes : Béta-carotène (carotte, potiron...), Lycopène (tomates), et caroténoïdes, xanthophylles, lutéine et zéaxanthine (épinards, choux, salade...). Les caroténoïdes confèrent aux légumes leur couleur jaune, rouge orangée, (Schlienger, 2014).

Tableau.5.Teneur en caroténoïdes dans les fruits et légumes ($\mu\text{g}/100\text{g}$) (Tanumihardjo, 2012).

Fruit/légume	α -carotene	β -carotène	B-cryptoxanthin	l.utein+zeaxanthi n	lycopene
Banane	5	21	0-70	0	0
Tomate	112	393	0	130	3.025
Pomme de terre	0	9.180	-	-	-
carotte	4.649	8.836	-	-	-
orange	16	51	122	187	-
pêche	1	97	24	57	0
épinards	0	5.597	0	11.935	0

d- Fibres

Les fruits et légumes sont caractérisés par leur richesse en fibres alimentaires. Celle-ci est variable de 2 à 5% avec surtout une diversité dans la nature des fibres : lignine, cellulose, hémicellulose, pectine...Les fruits sont une source importante de pectine en particulier certains fruits rouges (myrtilles, groseilles...) et fruits à pépins (pomme, poires, coings) ce qui leur confère des propriétés particulière de viscosité (Schlienger, 2014).

I.3.1.2.Valorisation par production d'enzymes

Les enzymes qui existent à l'origine dans les fruits et légumes sont de bons candidats pour l'application industrielle. Parmi les enzymes produites par fermentation microbienne avec des déchets de fruits et légumes comme matière première ; il y a l' α -amylase, la cellulase, la β -glucosidase, la pectinase, l'invertase, la laccase,et la xylanase .Les déchets d'agrumes ont été utilisés pour produire de l' α -amylase, des protéases alcalines, la xylanase et la cellulase, tandis que la pectinase, la cellulase, Et la xylanase sont dérivées de la pâte de raisin (Chandrasekaran, 2013).

II. Généralité sur l'orange sanguine

II.1. L'orange sanguine

II.1.1. Description

L'orange sanguine est un hybride qui est apparu en Europe vers 1850, sa chair est rouge, la pulpe est sucrée juteuse et très parfumée (**Figure II.1**). L'orange sanguine est habituellement dépourvue de pépins (**Chinnici et al ,2013**). Les trois types les plus connues d'oranges rouges sont les Tarocco, le Moro (tous deux originaire d'Italie) et le Sanguinello (Originaire d'Espagne).

Les oranges Tarocco sont de taille moyenne, sans pépins, les plus doux et les plus savoureux des trois types. On l'appelle "demi-sang" parce que la chair n'est pas accentuée en pigmentation rouge. Le Moro est la plus colorée des oranges rouges, avec une chair rouge foncée. Les oranges rouges peuvent durer jusqu'à la fin du mois de mai (**Giuseppe et al ,2013**).

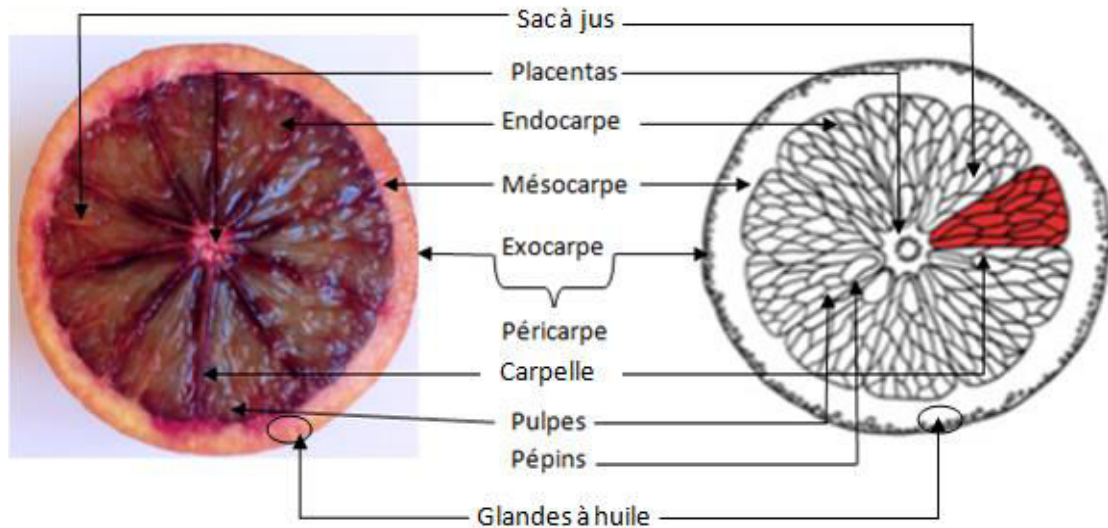


Figure.2. Coupe transversale et schéma explicatif d'une orange sanguine (**Etebu, et al, 2014**).

II.1.2. Classification botanique

Règne : *Plantae*

Sous règne : *Tracheobionta*

Division : *Magnoliophyta*

Classe : *Magnoliopsida*

Sous-classe : *Rosidae*

Super-ordre : *Rosanae*

Ordre : *Sapindales*

Famille : *Rutaceae*

Genre : *Citrus*

Espèce: *Citrus sinensis* (Jacquemond et al, 2013)

II.1.3.Composition biochimique

Les oranges rouge contiennent des quantités élevées de divers composés y compris les polyphénols, les flavonoïdes, les anthocyanines, les acides hydrox-cinnamiques et l'acide ascorbique. Elles sont supposées pour avoir une capacité antioxydant élevée en fonction de tous ses composants (Grosso et al ,2013). La composition biochimique des oranges sanguines est illustrée dans le tableau II.1.

Tableau .6. Les principaux composants de l'orange sanguine (Grosso et al ,2013).

Les macronutriments		Les éléments minéraux et oligo-éléments	
Énergie (kJ)	144	Fer (mg)	0.2
Énergie (kcal)	34	Calcium (mg)	49
Protéines totales (g)	0.7	Sodium (mg)	3
Graisse totale (g)	0.2	Potassium (mg)	200
Cholestérol (mg)	0	Phosphore (mg)	22
Glucides disponibles (g)	7.8	Zinc (mg)	0.2
Fibre alimentaire totale (g)	1.6	Les vitamines solubles dans l'eau	
Amidon (g)	0	Vitamine B1 (mg)	0.06
Eau (g)	87.2	Vitamine B2 (mg)	0.05
Les acides gras		Vitamine C (mg)	50
Acides gras saturés	0.03	Vitamine B3 (mg)	0.2
Acides gras mono insaturés	0.04	Vitamine B6 (mg)	0.1
Acide oléique	0.03	Vitamine B9 (µg)	31
Les acides gras polyinsaturés	0.04	Vitamine A (µg)	71
Acide gras linoléique	0.03	Caroténoïdes (mg)	426
Acide linoléique	0.04	Vitamine E (mg)	0.24
		Vitamine D (µg)	0.00

II.2. Technologie de transformation des oranges

Selon **USDA**, la production mondiale d'oranges pour 2016-2017 devrait atteindre 2,4 millions de tonnes, à 49,6 millions, dont environ 70% ont été utilisés pour fabriquer des produits tels que le jus ou confiture (**Siles et al ,2016**). Les produits résultant de la transformation d'orange sont les jus de fruits, les huiles essentielles et la peau. Cette dernière, avec la pulpe et les graines, constituent les résidus industriels et comptent pour 40 – 60 % du poids de la matière première (**Mamma et Christakopoulos, 2014**).

Cette figure représente le diagramme de transformation des oranges en jus :

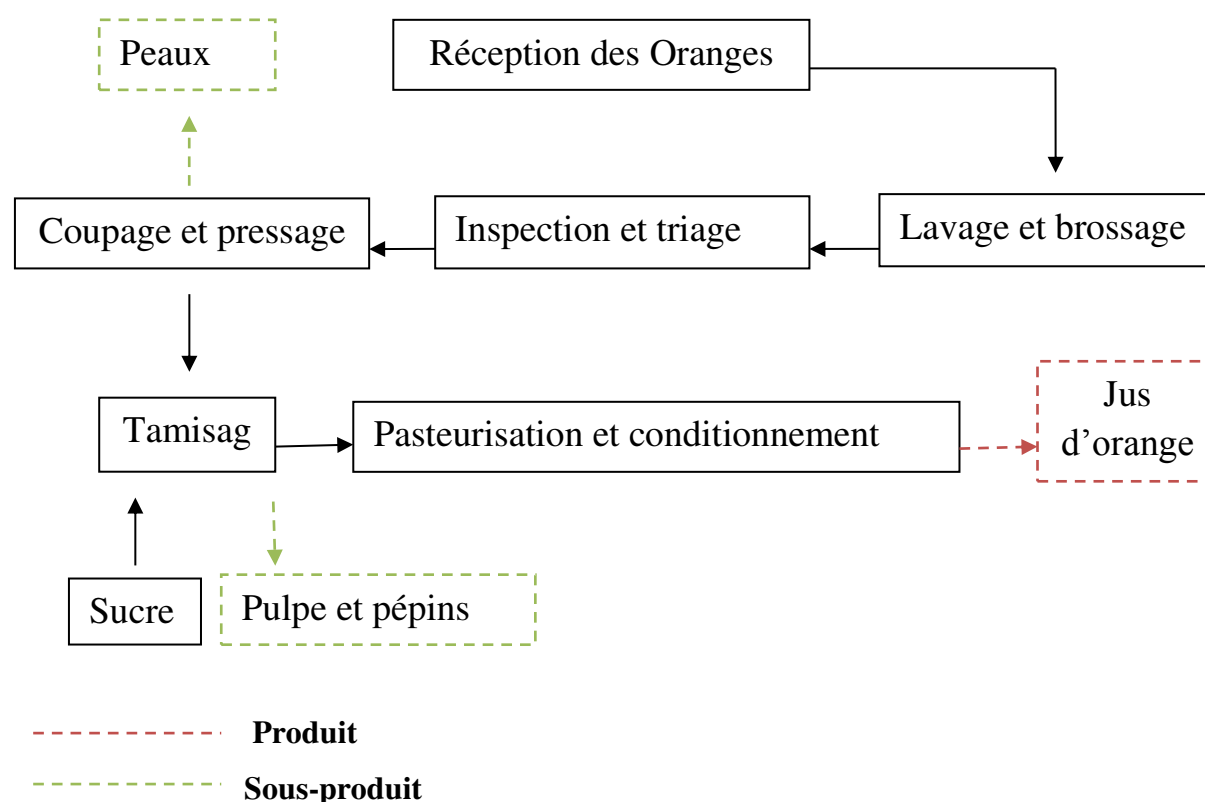


Figure.3. Diagramme de transformation de l'orange (**Etiévant, et al 1962**)

II.3. Les sous-produits de transformation de l'orange

Selon **Siles (2016)**, les sous-produits de l'industrie de transformation des oranges sont constitués des fruits écartés du traitement, de la peau de l'axe avec les parties blanches et fibreuses, les membranes et les graines. Ils ont généralement un pH faible (entre 3 et 4), une teneur élevée en eau (environ 80-90%), et teneur élevée en matière organique (environ 95% des solides totaux).

II.3.1.Graine

Les graines représentent environ 0.08% du poids des oranges. Elles sont des sources importantes d'huiles d'importance alimentaire, industrielle et pharmaceutique. Les graines contiennent 17.3% de matière grasse et 477.1 mg/100 g de stérols totaux (El Mannoubi, et al 2010)

II.3.2.Peau

La peau d'orange est le sous-produit généré suite aux transformations d'orange. Elle constitue environ 50% du poids des fruits frais (Siles et al ,2016). La peau d'orange rouge est riche en ingrédients nutritionnels tels que les sucres solubles, les protéines et les minéraux. Elle contient des antioxydants tels que les phénols et la vitamine C. Elle est caractérisé par un pH égale à 5.25 et une humidité 2.97 % (M'hiri et al. 2016).

Tableau.7. La composition biochimique de l'écorce d'orange sanguine (M'hiri al. 2016).

Composants	Orange sanguine
Sucres solubles (g/100g)	46.241
Protéines (g/100g)	8.015
Graisses (g/100g)	0.955
Flavonoïdes total (g/100g)	1.13
Vitamine C (g/100g)	0.105
Cendre (g/100g)	3.313

II.4. Voie de valorisation des sous-produits de l'orange sanguine

La valorisation de sous-produits est une exigence fondamentale de l'industrie de transformation de l'orange. Pour cela, différents travaux de recherche se sont intéressés à étudier les différentes possibilités de valorisation de ces sous-produits issue de la transformation de l'orange sanguine. Quelques principaux travaux sont résumés dans le tableau 7

Tableau.8. : Résumé de quelques travaux de valorisation des sous-produits de l'orange sanguine

Sous-produits	Méthode et utilisation	Résultat	Référence
La peau	Extraction des composés bioactif et utilisation comme antioxydants.	Des teneurs élevés en antioxydants.	M'hiri et al , 2015
	Extraction des huiles essentielle et utilisation comme agent de saveur dans l'alimentation.	L'huile essentielle de l'écorce d'orange contient principalement du Limonène.	Lucchesi, 2005
	Extraction de la pectine et utilisation comme gélifiant dans l'alimentation.	L'écorce de l'orange contient environ 50% de pectine.	Ghorraf et Boumenad 2016
Les pépins	Extraction d'huile de graines et utilisation pour la prévention des maladies cardiovasculaires et l'hypercholestérolémie	une huile riche en C18:2 qui est un acide gras essentiel (AGE) jouant le rôle de précurseur pour la synthèse de plusieurs biomolécules. .	El Mannoubi, et al 2010

Partie
pratique

modifie I.1. Matériel utilisé

I.1.1. Appareillage

L'essentiel du matériel utilisé lors de notre étude est le suivant :

- ❖ Micro-onde TGOMSON model THW-M23W ;
- ❖ Balance de précision Kern 440 ;
- ❖ Etuve ;
- ❖ Broyeur électrique ;
- ❖ Tamis 250 μm ;
- ❖ Spectrophotomètre UV ;
- ❖ Bain à Ultrasons ;
- ❖ Balance analytique
- ❖ Centrifugeuse.

I.1.2. Produits chimiques

Les produits chimiques et réactifs utilisés lors de notre étude se résument en :

- ❖ Ethanol
- ❖ Carbonate de sodium Na_2CO_3)
- ❖ Folin-ciocalteu
- ❖ Méthanol
- ❖ Chlorure d'aluminium (AlCl_3)
- ❖ Acétate de sodium
- ❖ Chlorure de potassium
- ❖ Solution d'amidon
- ❖ Acide acétique glaciale
- ❖ Chloroforme
- ❖ Iodure de potassium KI saturé
- ❖ Hexane
- ❖ Cyclohexane
- ❖ Acide sulfurique
- ❖ Acide phosphotungstique ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$)
- ❖ Acide phosphomolybdique ($\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$)
- ❖ DPPH
- ❖ Acide citrique

I.2. Matériel végétal

I.2.1. Ecorce de l'orange sanguine

Les oranges utilisés dans cette présente étude sont des oranges locales, du marché de Jijel. On a acheté environs 4 kg d'orange sanguine de taille approximativement identiques ont été bien lavés avec de l'eau de robinet suivi de l'eau distillée, puis épluchés et l'écorce récupérée a été découpée en petits morceaux d'environ 1cm de largeur. Ces morceaux ont subi deux types de séchage l'un au micro-onde et l'autre à l'étuve puis un broyage et un tamisage.

I.2.2. Huile végétale « AFIA »

L'huile utilisée dans notre étude est une huile végétale extraite du grain de maïs. Il est indiqué sur l'emballage que cette huile est réservée pour les fritures.

I. 3. Préparation du matériel végétal

I.3.1. Cinétique de séchage

Des échantillons de 50 g ont été séchés par microonde (4 échantillons) pour différentes puissances (240, 400, 640 et 800 W). La masse est suivie périodiquement, et des pesées ont été faites chaque 10 secondes jusqu'à avoir une masse constante pour toutes les puissances testées. Un séchage par la méthode conventionnelle a été également réalisé afin de comparer les deux méthodes. Pour cela, la même quantité d'échantillon est mise dans une étuve, et séchée pendant 24h.



Figure1 : Matériels utilisé pour le séchage (a) microonde (b) balance (c) étuve

I.3.2. Broyage et tamisage

Une fois le matériel végétal est séché, les échantillons ont été broyés à l'aide d'un broyeur électrique. Les poudres ainsi obtenues ont été tamisées à l'aide d'un tamis de 250 µm et conservées dans des boîtes à l'abri de la lumière.

I.4. Caractérisation de la poudre de l'écorce d'orange

I.4.1. Analyse phytochimique

I.4.1.1. procédures d'extraction des composés phénoliques

Pour extraire les composés phénoliques de la peau de l'orange sanguine, nous avons opté pour le protocole décrit par [Dairi et al. \(2014\)](#) modifié: 1g de la poudre est macéré à température ambiante pendant 1 h avec 20 ml de l'éthanol et l'eau (10/10). Après filtration sur un papier filtre, les filtrats sont conservés à 4 °C jusqu'à utilisation.

I.4.2.2. Dosage des composés phénolique totaux (CPT)

❖ Principe

La concentration de la teneur en composés phénoliques totaux a été estimée par le dosage de Folin-Ciocalteu. Le réactif est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$), il est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange bleu de tungstène et de molybdène. La coloration produite, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux. ([Samyuraj et al., 2012](#))

❖ Mode opératoire

La détermination de la teneur en polyphénols totaux est réalisée selon le protocole décrit par [Georgé et al., \(2005\)](#). Dans des tubes à essai nous avons mélangé 500 µl d'extrait de la peau avec 2.5 mL du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 1/10) et après 2 min à l'obscurité, on ajoute 2mL de carbonate de sodium (Na_2CO_3) (75g/L). Après 15 minutes d'incubation à 50°C, l'absorbance est mesurée à 760 nm contre un témoin où l'extrait est remplacé par le même volume du solvant utilisé. Les concentrations sont exprimées en mg équivalent d'acide gallique par g de poudre de l'échantillon.

I.4.3. Dosage des flavonoïdes

❖ Principe

Les flavonoïdes donnent avec le chlorure d'aluminium des complexes chromogènes de couleur jaune, coloration dont l'intensité est mesurable à un spectrophotomètre à UV 430 nm (Donzo *et al.*, 2015).

❖ Mode opératoire

La teneur en flavonoïdes totaux est déterminée par une méthode colorimétrique décrite par Serra *et al.*, (2001). Un ml de chlorure d'aluminium (AlCl_3 2%) est additionné à 1 ml d'extrait. Après 15 mn d'incubation à l'abri de la lumière, l'absorbance est mesurée à 430 nm. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de rutine/g de poudre, par référence à une courbe d'étalonnage.

I.4.4. Dosage des anthocynes

I.4.4.1. Dosage des anthocyanines par la méthode du pH différentiel

❖ Principe

Les anthocyanes subissent des transformations structurelles réversibles avec le changement de pH, manifestées par des spectres d'absorption différents. La forme colorée (oxonium) prédomine à pH 1,0 et la forme incolore (hémicétal) à pH 4,5. La méthode du différentiel de pH est basée sur cette réaction, et permet une mesure rapide et précise des anthocyanes totaux, même en présence de pigments polymérisés dégradés et d'autres composés interférents (Giusti *et Wrolstad*, 2001).

❖ la préparation des solutions

Deux tampons à pH 1 et pH 4,5 ont été préparés.

- Tampon chlorure de potassium (0,025 M, pH 1) : 1,86 g de KCl sont dissous dans 1 L d'eau distillé, ensuite le pH est ajusté avec une solution d'acide chlorhydrique (HCL) ;
- Tampon acétate de sodium (0,4 M, pH 4,5) : 54,43 g de CH_3COONa sont dissous dans un 1 L d'eau distillée, ensuite le pH est ajusté avec une solution d'acide chlorhydrique.

❖ Mode opératoire

Le protocole utilisé au laboratoire est basé sur celui décrit par Giusti *et al.*, (2001). L'échantillon est dilué avec tampon pH 1 et pH 4,5. Le volume de l'extrait ne devant pas excéder 20% du volume total. Les tubes sont ensuite placés à l'abri de la lumière durant 15 minutes, puis les absorbances sont lues à 520 nm et à 700 nm contre le témoin contenant de l'eau distillée.

❖ **Expression des résultats**

Il s'agit ici d'un test différentiel. Ainsi l'absorbance finale est-elle obtenue par différence de l'absorbance mesurée aux différentes longueurs d'onde:

$$\text{Abs} = (\text{Abs}_{520} - \text{Abs}_{700})_{\text{pH1}} - (\text{Abs}_{520} - \text{Abs}_{700})_{\text{pH4.5}}$$

Le calcul de la concentration en anthocyanes monomères totaux (AMT) permet d'obtenir des résultats qui sont exprimés en mg/l:

$$\text{AMT} = \frac{(\text{Abs} \times \text{M} \times \text{DF} \times 1000)}{(\epsilon \times \text{l})}$$

Avec :

M = 449,2 g/mol, masse molaire de la cyanidine-3-glycosylée

DF = le facteur de dilution de l'échantillon analysé

l =: la longueur de la cellule de mesure en cm (1cm)

ε = 26900 l/mol/cm: le coefficient d'extinction molaire de la cyanidine-3-glycosylée

Les anthocyanes monomères totaux (AMT) sont ensuite exprimées en mg/ g de matière sèche (MS

$$\text{AMT en mg EEC}_3\text{G/g d'échantillon} = \frac{\text{anthocyanes monomères totaux (mg/l)}}{\text{Concentration de l'échantillon}}$$

I.4.4.2. Extraction des anthocyanines par HCl**I.4.4.2.1.Extraction des anthocyanes**

Les anthocyanines de la poudre ont été extraites comme décrit par [Fan et al., \(2008\)](#). Un gramme d'échantillon a été placée dans un bécher, puis on a ajouté un mélange d'HCl (1.5N) et éthanol à 95% .Le mélange a été mis dans un bain marie de 70 ° C pendant 73 minutes et centrifugé à 4000g pendant 15 min. Le surnageant a été recueilli et séché dans l'étuve à 40°C.

I.4.4.2.2.Dosage des anthocyanes

Le même protocole décrit précédemment.

I.4.5. Dosage des Chlorophylles α , β et des caroténoïdes

❖ Principe

Le dosage de la chlorophylle et des caroténoïdes ont été déterminé par la méthode décrite par **Lichtenthaler (1982)**. Elle est basée sur la mesure des différentes absorbances pour chacune des chlorophylles α , β et des caroténoïdes.

❖ Mode opératoire

- Lecture des absorbances à 664 nm concernant la chlorophylle α ;
- Lecture des absorbances à 648 nm concernant la chlorophylle β ;
- Lecture des absorbances à 470 nm concernant les caroténoïdes.

Les concentrations des chlorophylles (α , β) et des caroténoïdes dans l'échantillon ont été calculées à l'aide des formules suivantes :

$$ca \text{ (}\mu\text{g/ml)} = 13.36A_{664} - 5.19 A_{648}.$$

$$cb \text{ (}\mu\text{g/ml)} = 27.43A_{648} - 8.12 A_{664}.$$

$$(X+C) \text{ (}\mu\text{g/ml)} = (1000A_{470} - 2.13ca - 97.64cb) / 209.$$

I.4.6. Test de mesure du pouvoir antioxydant (test DPPH)

❖ Principe

Le composé chimique 2, 2diphényl-1- picrylhydrazyl (α , α -diphényl- β -picrylhydrazyle) fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure- activité antioxydant des composés phénoliques. Du fait que ce composé possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote, les molécules du radical ne forme pas des dimères il reste donc sous sa forme monomère relativement stable à température ambiante. C'est cette délocalisation qui provoque la coloration violet foncé bien caractéristique de la solution de DPPH. Mesurer la diminution de la coloration de DPPH permet de mesurer l'efficacité d'un antioxydant, due à une recombinaison des radicaux DPPH qui possède une absorbance maximum à 515 nm. Concernant les composés phénoliques, le mécanisme principal d'action est le piégeage des radicaux libres par transfert de l'atome H sur le DPPH $^{\circ}$ alors transformé en une molécule stable DPPH (**Popovici et al., 2010**)

Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire ou en pourcentage d'inhibition des radicaux libres en utilisant la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = \frac{(\text{Abs témoin} - \text{Abs d'échantillon}) \times 100}{\text{Abs témoin}}$$

❖ Mode opératoire

Le test DPPH est réalisé selon la méthode décrite par [Stephanie et al., \(2009\)](#). 100 µl d'extrait à différentes concentrations (1/2,1/3,1/5,1/8,1/10) sont mélangés avec 3 ml de la solution de DPPH (60µM). Après 20 minutes à 37 °C, l'absorbance est lue à 515 nm. Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition, et une courbe d'inhibition en fonction de la concentration est tracée % d'inhibition=f (concentrations). On a déterminé ainsi la concentration inhibitrice de 50 % le radical DPPH (IC₅₀).

II.4.7. Extraction de la pectine

❖ Principe

L'extraction assistée par micro-ondes est un processus par lequel l'énergie du micro-onde accélère l'extraction. Ce traitement accélère la rupture des cellules en provoquant une augmentation rapide de la température et de la pression interne dans les parois des cellules végétales ([Inoue et al., 2010](#)).

❖ Mode opératoire

2 g de poudre d'écorces d'orange sont introduites dans la chambre d'extraction avec 34 ml d'eau acidifié par l'acide sulfurique (pH=1.4) .La puissance micro-ondes appliquée est de 400 W avec une durée de 169s, puis le mélange est centrifugé a 3500 rpm/5minutes. Le surnageant a été précipité avec un volume égal d'éthanol à 95% (v / v) ([Manar et al, 2013](#)). La masse de pectine précipitée a été lavée trois fois avec l'éthanol (v / v) pour éliminer les mono et les disaccharides. Après l'extraction, la pectine humide a été séchée à 40 ° C dans une étuve jusqu'à ce que son poids soit constant. Le rendement en pectine (% P) a été calculé à partir de l'équation suivante :

$$\% P = \frac{M_0 \times 100}{M}$$

Avec :

M₀ (g) est le poids de la pectine séchée

M (g) est le poids de la poudre d'écorces d'orange séchées.

I.5. Détermination des paramètres physique de la poudre de l'écorce d'orange

I.5.1. Détermination de taux d'humidité

❖ Principe

La teneur en eau a été déterminée par la méthode décrite par [Doymaz et al., \(2004\)](#). Une prise d'essai de 1g de la poudre est séchée dans une étuve à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à poids constant.

❖ Expression des résultats

Le taux d'humidité (H %) est calculé par la formule suivante :

$$\text{H}\% = \frac{\text{M}_1 - \text{M}_2}{\text{P}} \times 100$$

Où **H%** : Taux d'humidité en %

M1 : Masse de la capsule + matière fraîche avant séchage en g ;

M2 : Masse de l'ensemble après séchage en g ;

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

I.5.2. Analyse des paramètres de la couleur

La détermination directe de la couleur des poudres séchées est effectuée à l'aide d'un colorimètre (figure 2).



Figure 2 : Photographie d'un colorimètre.

Les paramètres de la couleur CIE L^* , a^* , b^* ont été mesuré directement par un colorimètre. La valeur L^* mesure la clarté (comprise entre 0 (noir) à 100 (blanc), la valeur de a^* est comprise entre -100 (vert) à + 100 (rouge) et la valeur de b^* est comprise entre -100 (bleu) et + 100 (jaune). D'autres paramètres ont été également calculés :

- Chroma (intensité de la couleur) = $(a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$

- E : indique le degré de différence de couleur entre l'échantillon séché à l'étuve (considéré comme le contrôle ici) et ceux séchés au microonde. Il est déterminé selon la formule suivante : $E = (\Delta L^{*2} + \Delta A^{*2} + \Delta B^{*2})^{1/2}$

I.6. Valorisation de l'écorce de l'orange autant antioxydant dans l'huile

I.6.1. Enrichissement d'une huile végétale « Afia »

❖ Principe

L'enrichissement se réalise par l'ajout de la poudre de l'écorce contenant des substances bioactives (polyphénols) dans l'huile afin d'améliorer sa qualité nutritionnelle et sa stabilité oxydative.

❖ Mode opératoire

Un enrichissement de 3% (3 g de la poudre est ajustée jusqu'à 50 g d'huile) a été réalisé dans une huile végétale à friture (AFIA). Cela a été réalisé dans un bac à ultrasons durant 15 min. Le mélange ainsi obtenu est centrifugé par une centrifugeuse (3500/15 mn) puis l'huile a été récupérée et conservée jusqu'à son utilisation. [Peñalvo et al., 2016](#)

I.6.2. Paramètres physico-chimiques de l'huile

I.6.2.1. Extraction des polyphénols de l'huile enrichie

❖ Principe

Il s'agit d'une extraction liquide/ liquide qui consiste à dissoudre l'huile dans un solvant organique et mélangée avec un solvant polaire pour la récupération des composés phénoliques.

❖ Mode opératoire

Une prise d'essai de 2.5 g d'huile est additionnée à 5 ml d'hexane (99%) et 5 ml du méthanol/ eau (6/4, v/v), puis agitée au vortex pendant 2 min. Ensuite, le mélange est centrifugé à 3500 rpm pendant 10 min. La fraction polaire (phase méthanolique) est récupérée ([Kalantzakis et al., 2006](#)).

I.6.2.2. Dosage des polyphénols totaux

Le même protocole utilisé dans le dosage des CPT pour l'extrait. Les résultats sont exprimés en mg EAG/Kg de l'huile.

I.6.2.3. Dosage des caroténoïdes et chlorophylles de l'huile

Selon [Minguez Mosquera et al., \(1991\)](#), le protocole du dosage des caroténoïdes et de la chlorophylle est comme suit : Une prise d'essai de 3g d'huile est ajustée jusqu'à 10 ml de cyclohexane dans une fiole jaugée. Les absorbances maximales à 670 nm et à 470 nm nous

renseignent sur la fraction chlorophyllienne et les caroténoïdes respectivement. La valeur du coefficient d'extinction spécifique utilisée :

- $E_0 = 613$ pour la Pheophytine (composant majeur des chlorophylles).
- $E_0 = 2000$ pour la Lutéine (composant majeur des caroténoïdes).

❖ **Résultats :**

$$\text{Chlorophylle} = \frac{A_{670} * 10^6}{613 * 100 * T}$$

$$\text{Caroténoïdes (mg/Kg)} = \frac{A_{470} * 10^6}{2000 * 100 * T}$$

A : absorbance.

T : trajet optique (épaisseur de la cuve 1 cm)

I.6.2.4. Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements UV

L'examen spectrophotométrique dans l'UV peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse et sur son état de conservation (oxydation). Les absorptions aux longueurs d'onde prévues dans la méthode sont dues à la présence de systèmes diéniques et triéniques conjugués. De plus, ces absorbances nous renseignent également sur les produits primaires (K_{232} nm) et secondaires (K_{270} nm).

❖ **Principe**

La matière grasse étudiée est dissoute dans le solvant requis, puis on détermine l'extinction de la solution à la longueur d'onde prescrite, par rapport au solvant pur. On calcule les extinctions spécifiques à partir des lectures spectrophotométriques.

❖ **Mode opératoire**

On fait la même opération pour les deux échantillons. Une prise d'essai de 0.25g d'huile est introduite dans une fiole jaugée, ensuite ajustée jusqu'à 25ml d'hexane. Le mélange est agité, puis on fait la lecture de l'absorbance à $\lambda = 232$ nm et $\lambda = 270$ nm (règlement(CEE) N° 2568/91).

I.6.2.5. Détermination de l'indice de peroxyde

❖ **Principe**

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de

thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (règlement (CEE) N° 2568/91).

❖ Mode opératoire

On pèse 2g d'huile dans une fiole, on ajoute 10 ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique glacial et 1 ml de KI (iodure de potassium). Après agitation pendant 1 min on met à l'abri de la lumière pendant 5 min et on ajoute 75 ml d'eau distillé, 3 à 4 gouttes de la solution d'amidon et on titre par le thiosulfate de sodium (0.01 N) jusqu'à disparition de la couleur. En parallèle on effectue un essai à blanc.

❖ Expression des résultats

La détermination de l'indice de peroxyde est faite selon la formule suivante :

$$I_p = \frac{[N \cdot (V_1 - V_0) \cdot 100]}{m}$$

I_p : Indice de peroxyde (Meq d'O₂ / kg d'huile).

N : Normalité de Na₂S₂O₃ (N).

V₁ : Volume de Na₂S₂O₃ utilisé pour titrer l'échantillon (ml).

V₀ : Volume de Na₂S₂O₃ utilisé pour l'essai à blanc (ml).

m : masse de la prise d'essai (g).

I.6.2.6. Activité antioxydante de l'huile par le test DPPH

❖ Mode opératoire

La mise en évidence du pouvoir antioxydant des extraits méthanoliques des huiles étudiées est faite via le test DPPH• en utilisant la méthode modifiée de **Goupy et al, (2003)**. 0.5 ml d'extrait méthanolique est mélangé avec 1.5 ml de la solution de DPPH. Après 20 minutes à température ambiante et à l'obscurité, l'absorbance est lue à 515 nm. Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire ou en pourcentage d'inhibition des radicaux libres en utilisant la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = \frac{(\text{abs témoin} - \text{Abs d'échantillon})}{\text{Abs témoin}}$$

I.6.3. Evaluation de la stabilité thermique de l'huile

❖ Principe

Ce test consiste à provoquer un stress thermique en chauffant l'huile dans des conditions proches de celle de la cuisson dans le but de voir est ce que l'huile enrichie résiste mieux à l'oxydation lipidique. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par mesure de l'indice de peroxyde, les K_{232} et K_{270} en fonction du temps. D'autres dosages également ont été réalisés à savoir les caroténoïdes et la chlorophylle.

❖ Mode opératoire

Le protocole suivi est décrit par [Ayadi et al., \(2009\)](#) avec quelques modifications. Une prise d'essai de 5 g d'huile témoin et de l'huile enrichie est introduite dans des tubes à essai, puis chauffés dans une étuve à une température de 130°C à différents temps d'exposition (1, 2, 3, 4, 5, 6 h). Après chauffage, les échantillons traités sont laissés refroidir à température ambiante avant leur analyse chimique (indice de peroxyde, K_{232} , K_{270} , caroténoïdes et la chlorophylle).

I.7. Valorisation par enrichissement d'une boisson type « Cherbet »

La boisson « *Cherbet* » est une boisson assez consommée et désirée par le consommateur ces dernières années. Dans ce présent travail, on a pensé à ajouter l'écorce d'orange sanguine dans cette boisson afin de voir son impact sur la qualité nutritionnelle et organoleptique.

I.7.1. Procédure de préparation d'une boisson enrichie « Cherbet-Ecorce d'orange »

Deux boissons enrichies ont été préparées (5% et 10%). Pour cela, on ajoute une quantité de la poudre séchée (5 g ou 10 g) dans 100 ml de la boisson, et on laisse le mélanger sous agitation pendant 1h. Après, une centrifugation a été réalisée pour récupérer une boisson claire. La boisson enrichie est conservée à 4°C jusqu'à son utilisation. [Mastrodi Salgadon et al 2012](#)

I.7.2. Mesure de pH

Le mode opératoire suivant est décrit en détail dans la norme [ISO 1842 \(1991\)](#).

- Etalonner le pH-mètre grâce à des solutions tampons à des pH standards et connus,
- prélever une prise d'essai de volume suffisant pour l'immersion de la sonde du pH mètre,
- immerger la sonde du pH-metre dans l'échantillon et lire la valeur du pH affiché sur le pH-mètre.

I.7.3. Détermination de l'acidité titrable

❖ principe

Le principe de la méthode consiste à un titrage de l'acidité avec une solution d'hydroxyde de sodium (Na OH) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré.

❖ Mode opératoire

Ce mode opératoire est décrit en détails dans la norme **ISO 750 (1981)**. Prélever 10 ml de l'échantillon et les verser dans un bécher muni d'un agitateur. Ajouter quelque goutte de phénolphtaléine et tout en agitant verser dans la burette la solution d'hydroxyde de sodium (0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant pendant 30s (pH 8,1).

I.7.4. Détermination du l'extrait sec (°Brix)

❖ Principe

Mesurer à la température de 20°C l'indice de réfraction de l'échantillon préparé et conversion de cet indice en résidu sec soluble.

❖ Mode opératoire

Essuyer le réfractomètre avec de l'eau distillé. Déposer une quantité de l'échantillon sur la lentille et lire la valeur Brix directement sur le réfractomètre.

I.7.5. Détermination de la teneur en cendres

Selon la norme française **NF EN 1135 (1994)**, la mesure du taux de cendres permet de connaître et d'évaluer la minéralité des différents échantillons.

Les échantillons ont calciné à 550°C dans un four à moufle jusqu'à obtention de cendres de poids constant. 2 g de chaque échantillon sont mis dans des capsules, puis placés dans un four à moufle réglé à $550 \pm 15^\circ\text{C}$ pendant 5 heures jusqu'à obtention d'une couleur grise, claire ou blanchâtre. Les capsules sont retirées du four et placées dans le dessiccateur pour refroidissement. La teneur en matière organique, exprimée en %, est calculée comme suit :

$$\% \text{ cendres} = \frac{(P_1 - P_0) \times 100}{P_e}$$

Avec :

P₁ : le poids de la capsule et des cendres après calcination (g)

P₀ : le poids de la capsule vide (g)

P_e : le poids de la prise d'essai (g)

I.7.6. Dosage des anthocyanes et polyphénols totaux

Les mêmes protocoles cités précédemment.

I. 7.7. Analyse spectrophotométrie de la couleur

L'indice de couleur (IC) a été déterminé selon la méthode de (Kelebek *et al.*, 2008), en mesurant l'absorbance des extraits à différentes longueurs d'ondes (420, 520 et 620 nm) pour déterminer le pourcentage des trois couleurs (bleu, jaune et rouge) et la teinte selon les équations suivantes :

$$IC = \Sigma (A_{420nm} + A_{520nm} + A_{620nm})$$

$$\% \text{ de la couleur bleue} = (A_{420nm}/IC) \times 100$$

$$\% \text{ de la couleur rouge} = (A_{620nm}/IC) \times 100$$

$$\text{La teinte} = A_{420nm}/A_{520nm}$$



Figure 4 : les trois jus étudié, non enrichi et enrichi (5% ,10%).

I.7.8. Test de mesure du pouvoir antioxydant

I.7.8. Test DPPH

Le même protocole de test DPPH utilisé pour l'extrait de la poudre.

I.7.8.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur des extraits a été déterminé en utilisant la méthode basée sur la réduction de ferricyanure de potassium (Oyaizu, 1986). La présence des agents réducteurs dans les extraits induit la réduction de l'ion ferrique (Fe⁺³) à l'ion ferreux (Fe⁺²). Cette réduction est mesurée par l'intensité de la couleur verte bleue qui en résulte. Le protocole de détermination du pouvoir réducteur est illustré dans la Figure 2

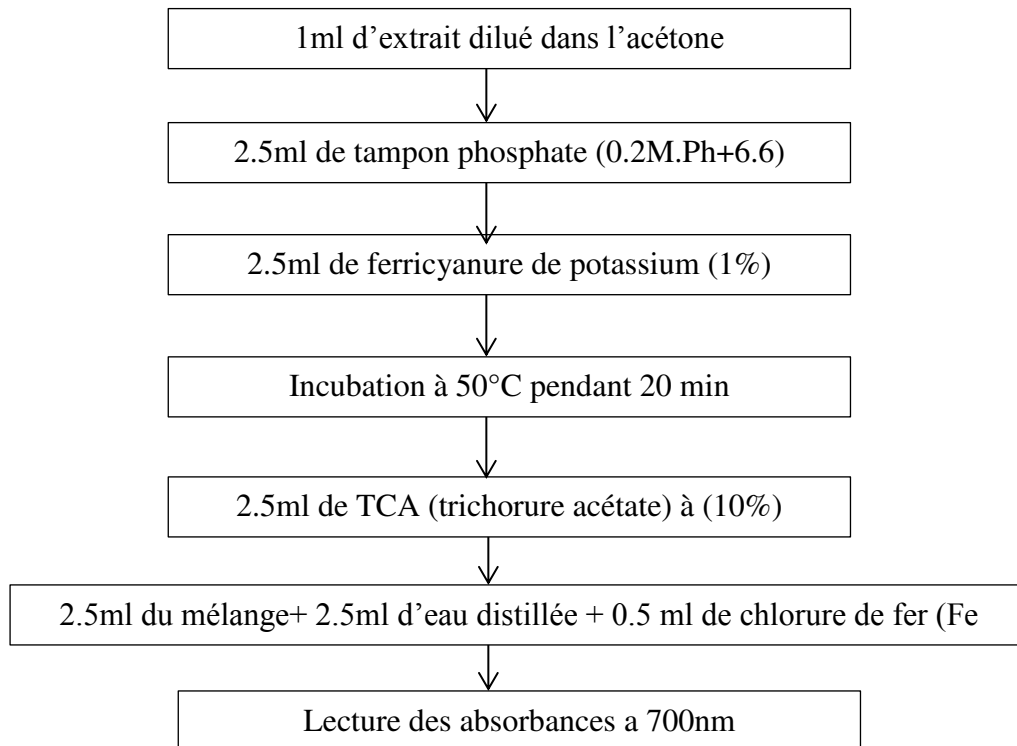


Figure 5. Le protocole de test pouvoir réducteur (Oyaizu, 1986).

*Résultat
et discussion*

II.1. Cinétique de séchage

Le séchage conventionnel (étuve) et innovant (micro-onde) sont les méthodes adoptées dans cette étude et cela dans le but de comparer les performances de ces deux procédures. Les résultats de séchage de l'écorce d'orange sont représentés dans la figure 1.

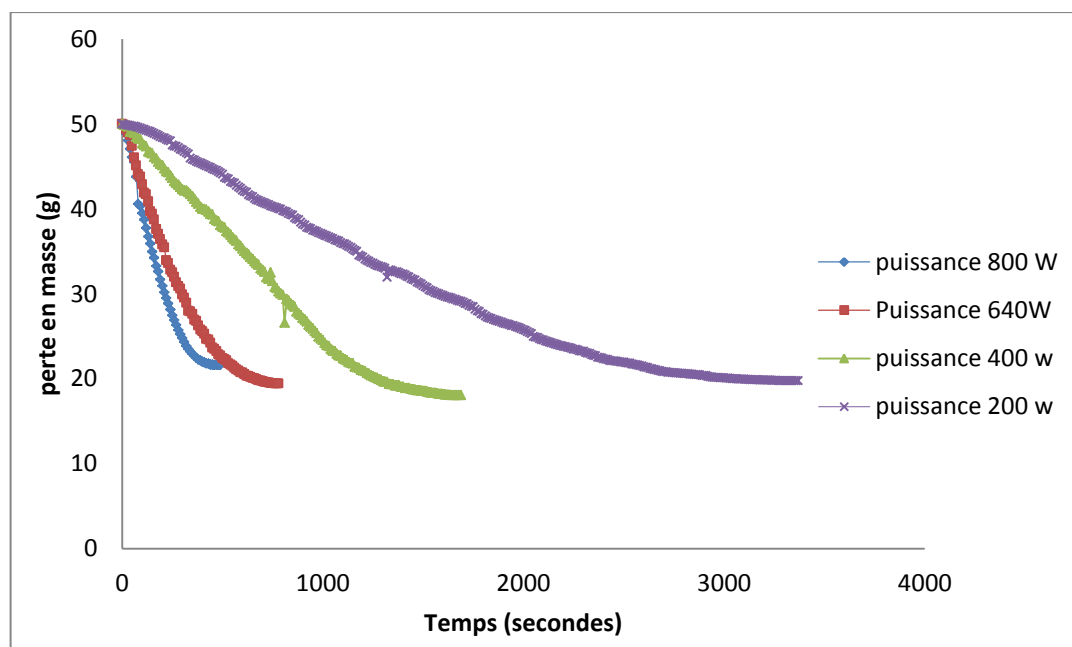


Figure .1. Cinétique de séchage de l'écorce d'orange par microonde.

Les cinétiques de séchage montrent que la perte de masse de l'écorce de l'orange est fonction du couple temps-puissance du traitement micro-onde. Le temps de séchage le plus court est attribué à 800 W alors que le temps le plus lent est obtenu lors de séchage à 200 W. Les résultats obtenus montrent que le temps de séchage est inversement proportionnel aux puissances de séchage : les temps de séchage les plus rapides sont obtenus à des fortes puissances.

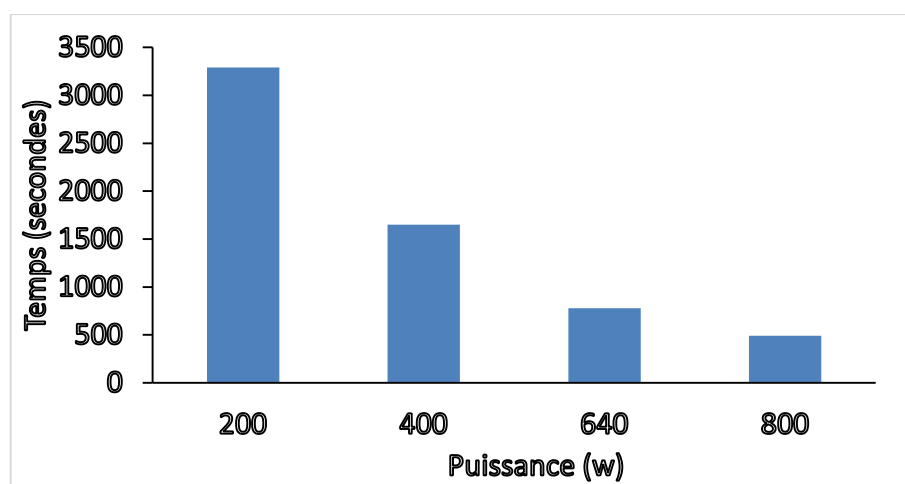


Figure .2. Temps de séchage en fonction des puissances appliquées.

En effet, le temps nécessaire pour atteindre la perte de masse maximale a été déterminé pour chaque puissance et les résultats sont résumés dans la **Figure .2**. Les résultats montrent clairement que le temps de séchage le plus lent est observé avec la puissance 200 W (temps de 3290 s), suivi par la puissance 400 W (1650 s), puis la puissance 640 (780 s) et finalement la puissance 800 W (490 s). Donc, plus le niveau de puissance est grand, plus le temps de séchage est réduit. Cela a été démontré par **Ghanem, et al.,(2012)** sur l'écorce d'agrumes.

La stabilité du poids peut être expliquée par le fait que la température de la surface atteint celle de l'air de séchage car la force de migration de l'eau de l'intérieur vers la surface est insuffisante. La longue durée de séchage s'explique par une réduction rapide de l'humidité à la surface et par conséquent rétrécissement impliquant souvent une réduction de transfert d'humidité et parfois réduction de transfert de chaleur (**Feng et Tang, 1998**).

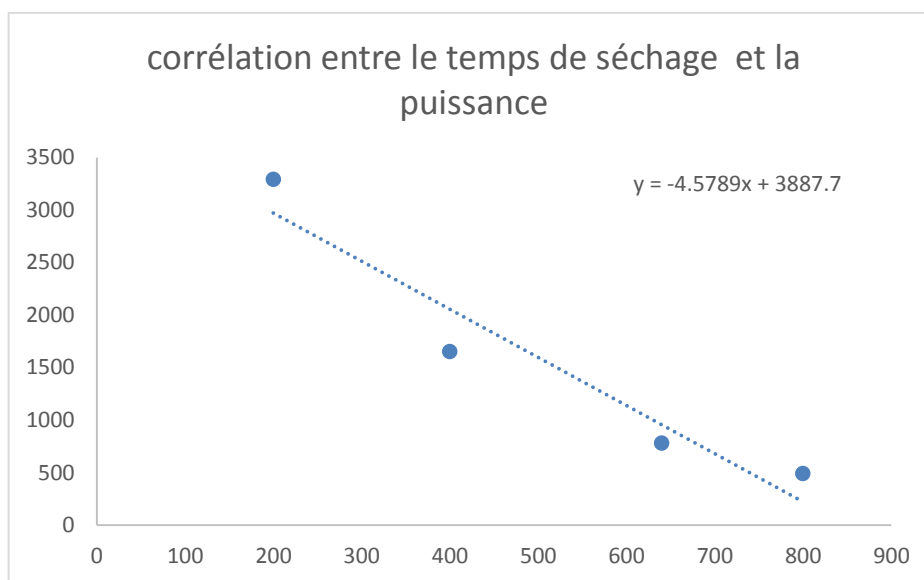


Figure.3. Corrélation entre le temps de séchage et la puissance

Afin de quantifier le degré de relation entre le temps de séchage et la puissance, une analyse de corrélation a été effectuée. Selon la figure 3, les résultats indiquent qu'il y a une corrélation négative entre le temps de séchage et la puissance appliquée, ce qui signifie que plus la puissance est élevée plus le temps de séchage diminue. Une étude réalisée par **Ketata et al., (2010)** a montré également une corrélation négative entre la puissance le temps et la vitesse de séchage par micro-ondes sur les feuilles de géranium (*Pelargonium Graveolen*).

Selon **Tounsi et al.,(2015)**, plus la puissance est élevée, plus la chaleur est générée à l'intérieur du produit, plus le transfert des molécules d'eau est plus rapide et le temps de séchage est plus court.

II.2. Effet du séchage microonde et étuve sur la teneur en polyphénols totaux (PT)

Afin de voir l'effet du séchage microonde et conventionnel sur la qualité phytochimique de l'écorce séchée, un dosage des polyphénols a été réalisé par la méthode de Folin ciocaleu. Les résultats sont représentés dans la figure 4.

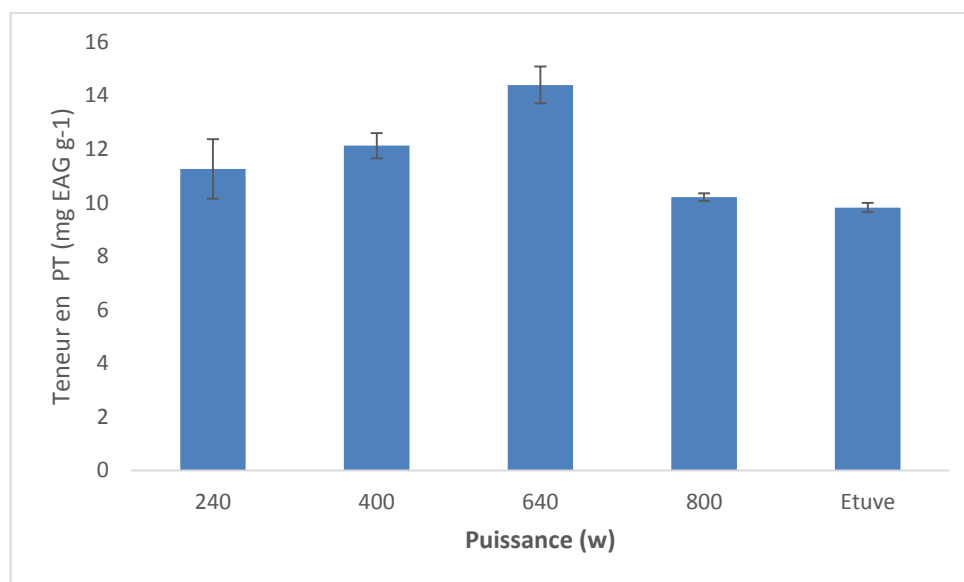


Figure.4. Effet du séchage microonde sur la teneur en PT en fonction des différentes puissances.

La Figure.4 montre que la teneur moyenne en polyphénols totaux est comprise entre $9.82 \pm 0,17$ et $14.39 \pm 0,68$ mg EAG/g de poudre d'écorce de l'orange sanguine. On constate que la teneur en polyphénols totaux issues du séchage par microonde est plus élevée que celle par étuve (9.82 ± 0.17). La teneur en polyphénol augmente proportionnellement avec l'augmentation de la puissance utilisée, à l'exception de la poudre séchée à la puissance de 800W qui présente le taux le plus faible. Ces résultats ont été déjà soulignés par [Kubra et al., \(2012\)](#) dans le cas du séchage microonde du gingembre. Le niveau de puissance 640 W présente la teneur la plus élevée en polyphénols totaux.

Dans le séchage par étuve, la faible teneur en composés phénoliques (9.82 ± 0.17) peut être expliquée par leur dénaturation pendant un séjour lent (24 h) dans l'étuve. Par contre, dans le cas de séchage par micro-ondes, la chaleur est produite dans tout le matériel, menant à des vitesses de chauffage plus rapides, comparées au chauffage conventionnel où la chaleur est habituellement transférée à partir de la surface à l'intérieur ([Mechlouch et al., 2014](#)). Les effets du processus de séchage par le MO sur les substances phénoliques ont été étudiés par des travaux antérieurs. Certains auteurs ont signalé qu'il y a un effet sur les composés phénoliques ([Akyildiz et al., 2004](#)), et certains ont déclaré qu'il n'y a pas un changement important sur la concentration de ces composés ([Dewanto et al., 2002](#)). Dans notre cas, la diminution de la teneur en polyphénols totaux

observé avec l'échantillon séché à 800W est probablement due à la dégradation de ces composés par les puissantes radiations utilisées (Nogboun *et al.*, 2015).

II.3. Analyse colorimétrique des poudres obtenues

La différence de couleur totale DE^* , qui est une combinaison des valeurs des paramètres L^* , a^* , b^* est un paramètre colorimétrique largement utilisé pour caractériser la variation de couleur des aliments (Maskan, 2000). Ce paramètre permet d'évaluer la différence entre les échantillons et l'échantillon standard (celui obtenu par étuve dans notre cas). De ce fait, DE^* supérieure à 2 indique qu'il y a une différence notable entre les échantillons.

Les résultats de l'analyse colorimétrique des poudres obtenues sont résumés dans le **tableau 1**. Nous remarquons que la couleur de la poudre séchée aux microondes (200W) est la plus claire ($L^* 71.58 \pm 0.82$), alors que la poudre séchée à la puissance 800 représente les meilleures valeurs des paramètres de la couleur (a^*b^* chroma et delta E), suivi de celle de 640 W. Cela indique, que les ces échantillons présentent une couleur plus foncée (rouge-orangée) que les autres échantillons, et cela correspond parfaitement à l'observation visuelle.

En comparant entre les échantillons séchés à l'étuve et à la microonde, nous pouvons dire que les couleurs des poudres sont mieux préservées quand elles sont séchées aux microondes qu'à l'étuve car les DE^* varient entre 10 et 18, ce qui signifie que la couleur de ces échantillons diffèrent grandement de l'échantillon séché à l'étuve. Donc, la microonde préserve la couleur de l'échantillon séché.

Tableau .1. Effet de séchage par microonde et étuve sur les paramètres de la couleur.

	L^*	a^*	b^*	Chroma	Delta E
Etuve	$62 \pm 1,01$	$11,21 \pm 2,35$	$45,85 \pm 0,80$	$47,24 \pm 0,36$	-
200 W	$71,58 \pm 0,82$	$13,22 \pm 2,49$	$56,67 \pm 1,38$	$58,24 \pm 0,78$	$14,47 \pm 1,20$
400 w	$68,07 \pm 1,25$	$12,69 \pm 1,14$	$54,34 \pm 0,56$	$54,34 \pm 0,56$	$10,34 \pm 1,21$
640w	$70,46 \pm 0,64$	$12,88 \pm 0,07$	$57,31 \pm 0,44$	$57,31 \pm 0,44$	$14,09 \pm 0,09$
800W	$68,41 \pm 0,53$	$16,00 \pm 0,35$	$63,11 \pm 1,00$	$63,11 \pm 1,00$	$18,88 \pm 1,07$

Afin de voir, est qu'il y a une corrélation entre la teneur en PT et les paramètres de couleur (L^* , a^* , b^*), une analyse de corrélation a été réalisée. Les résultats sont représentés dans la **figure .5**.

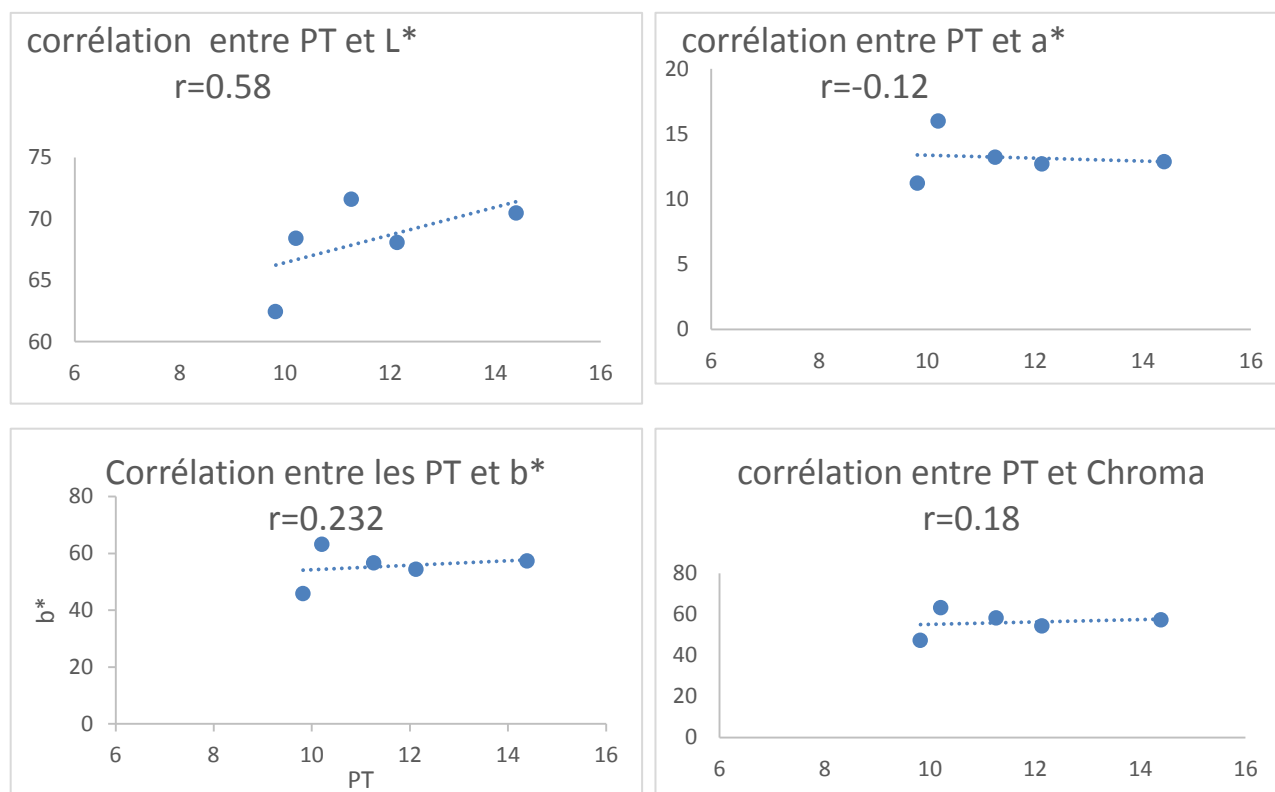


Figure. 5. Corrélacion entre PT et les paramètres de la couleur.

D'après ces résultats, les coefficients de corrélation déterminés varient entre -0.12 et 0.58, ce qui signifie qu'il n'y a pas une forte corrélation entre la teneur en PT et la couleur de l'échantillon. En d'autres termes, un échantillon qui présente une couleur intense ne veut sûrement pas dire qu'il est plus riche en composés bioactifs (polyphénols). Mais peut être en un autre composé qui ne fait pas partie de la famille des polyphénols.

II.5. L'humidité

Dans le but d'évaluer l'efficacité du séchage en terme perte en eau ; l'humidité est déterminée pour les différentes poudres obtenues par séchage en micro-onde dans les différentes puissances et en étuve. Les résultats sont illustrés dans la figure suivante :

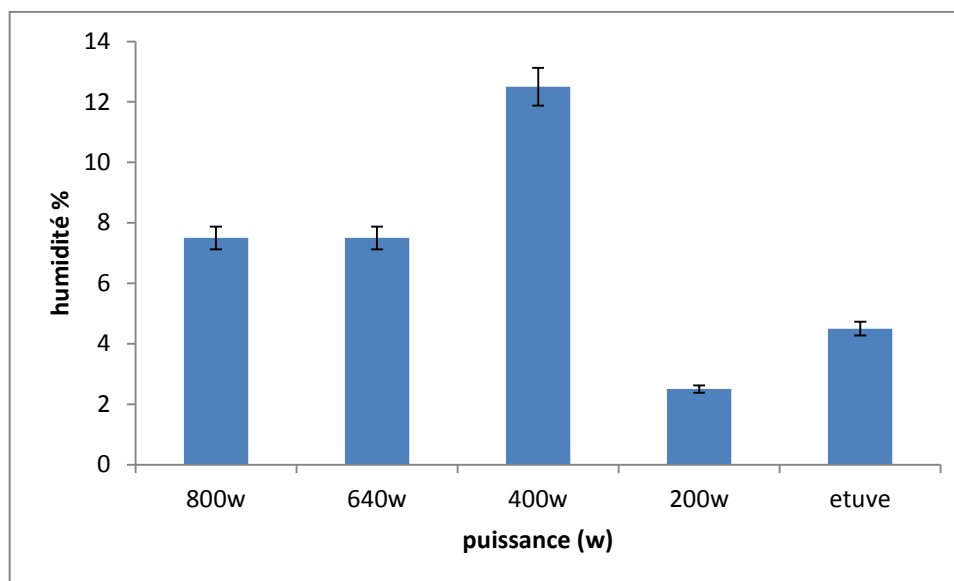


Figure .6. Taux d'humidité des poudres séchées (à l'étuve et aux micro-ondes).

Les résultats de cette étude, montrent également que le taux de perte en eau, pour la poudre (de la peau d'orange), change d'une puissance à une autre, aussi selon la méthode de séchage utilisée (microonde ou étuve). Le taux d'humidité le plus élevé (environ 12.5%) est enregistré avec la puissance 400W. Une perte en eau similaire (supérieur à 6%) pour les deux puissances 800W et 600W, alors que, le taux le plus bas est obtenu lors du séchage à étuve, et aussi à la puissance 200W.

D'après les résultats, on conclut que le séchage par microonde permet de déshydrater le matériel végétal aussi bien que le séchage conventionnel.

D'après les résultats obtenus, la poudre séchée à 640 w a été choisie pour le reste des expériences.

II.6. Caractérisation de la poudre obtenue

II.6.1. Analyse phyto-chimique

La poudre séchée à 640 w a été caractérisée en termes de sa teneur en différents composés (PT, anthocyanes, flavonoïdes, chlorophylle, caroténoïdes). Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.

Tableau.3. Composition phyto-chimique de la poudre séchée à 640 à W

paramètre	Teneur
TPC (mg/g)	9.82±0.17
Flavonoïdes (mg/g)	1.14±0.13
Anthocyanes (mg/g)	7.23±0.8

Caroténoïdes (mg/g)	
(Carotènes et <i>xanthophylles</i>)	1.062
Chlorophylle (mg/g)	
Chlorophylle α	1.666
Chlorophylle β	4.813
Pectine %	33.5 \pm 0

Le tableau.3 présente les teneurs en TPC, flavonoïdes, anthocyanes, caroténoïdes et chlorophylles (α , β) de l'extrait des écorces de l'orange sanguine.

- **Les polyphénols :** La teneur en polyphénols des écorces d'orange sanguine est de 9.82 \pm 0.17 mg/g d'extrait, Dans cette composition, nous constatons que les écorces sont quantitativement riches en composés phénoliques. Nos résultats sont inférieurs à ceux trouvés par [Kammoun et al., \(2011\)](#) sur de l'orange Maltaise (1,130 \pm 0,040 g/100g) ou bien (11.30 \pm 0.4 mg/g). Selon [M'hiri et al .,\(2015\)](#), le contenu total en phénol varie de 1,058 à 7,3 g / 100 g pour le zeste d'orange variété Maltaise, et le zeste d'orange amère respectivement, et ces valeurs sont légèrement inférieures à celles qu'on a déjà obtenues.

Des études faites par [Aganga at Mosase , Pedneault et al et Giddey 2014](#) ont montré que les facteurs extrinsèques (géographique et climatique), les facteurs génétiques, mais également le degré de maturation de la plante et la durée de stockage à une forte influence sur le contenu en polyphénols.

- **Flavonoïdes :** selon le tableau 3, le taux de flavonoïdes dans la peau de l'orange sanguine est de 1.14 \pm 0.13 mg/g, Ces résultats se rapprochent de ceux cités par [M'hiri et al \(2015\)](#) qui est de 1.01 mg / g pour un extrait des écorces de l'orange Maltaise, et celui rapporté par [Wang et al. \(2011\)](#) pour les écorces de *Citrus sulcata*.

Les teneurs en polyphénols et en flavonoïdes peuvent servir comme indicateurs importants de la capacité antioxydant et être utilisés comme une sélection préliminaire pour n'importe quel produit quand il est destiné comme source naturelle des antioxydants dans les aliments fonctionnels ([Viuda-Martos et al ., 2011](#)).

- **Les anthocyanes :** Les anthocyanines sont une classe de flavonoïdes responsables d'une large gamme de couleurs dans de nombreux organes végétaux, mais la couleur anthocyanique

peut se changer progressivement de rouge au bleu avec le nombre croissant de groupes hydroxyle libres sur le cycle B phénolique (He et al. 2010a, Sarni et al., 1995). La teneur en anthocyanes pour la poudre de l'écorce d'orange est estimée à 7.23 ± 0.8 mg/g qui est une valeur supérieure à celle trouvée par Eric Soubeyrand (2013) sur les baies mûres, qui est de $9,56 \pm 1,0$ mg g⁻¹.

Dans cette étude on a appliqué deux différentes méthodes d'extraction. Comme on peut le constater, quand l'extraction acide est utilisée, la teneur en anthocyanes est largement supérieure à la teneur trouvée par l'autre méthode. Cela est due à la stabilité des anthocyanes qui est très influencée par le pH du milieu (Conn et al., 2003; Ananga et al., 2013). Donc, la méthode d'extraction la plus convenable et la plus fiable pour obtenir une bonne teneur anthocyanes est celle réalisée dans des conditions acides.

- **Dosage des chlorophylles (α , β) et des caroténoïdes :** Il est à noter que les caroténoïdes sont des pigments naturels trouvés dans plusieurs fruits et sont bien reconnus comme des pigments alimentaires importants et des composés bioactif. La teneur en caroténoïdes de l'écorce d'orange analysée est de 1.062 mg/g d'extrait. La quantité de caroténoïdes trouvée dans la peau d'orange correspond à une teneur supérieure à la quantité déclarée pour les peaux d'avocat (Ayala-Zavala et al., 2011) (environ 0.0170mg/g), et aussi supérieures à celle trouvée dans les résidus de fruits à hautes teneurs en caroténoïdes tels que l'acerola (Nóbrega, Oliveira, Genovese & Correia, 2015).

En ce qui concerne la chlorophylle, l'extrait d'orange sanguine présente une teneur en chlorophylle α et β égale à 1666 μ g/g et 4813 μ g/g respectivement. Nos résultats sont inférieurs à ceux illustrés par Raúl Delgado-Pelayo et al (2014) pour la Chlorophylle α sur la peau des pomme type Granny Smith de couleur jaune, et supérieur à ceux de la chlorophylles sur la peau de pomme à couleur rouge (Granny Smit).

- **La pectine :** Dans cette étude, on a effectué une extraction de la pectine avec un poids sec initial de 2 g, et un poids final de 0.67g/2g d'extrait. Cela montre la richesse de l'écorce en pectine. Vu que les pectines sont des agents gélifiants, elles peuvent être utilisées en confiserie, confiserie et dans l'industrie buissonnière.

II.6.2. Détermination de l'activité antioxydante

Dans le but d'évaluer l'activité antioxydante de l'extrait d'orange, 2 tests ont été réalisés : pouvoir reducteur et pouvoir de piégeage du radical DPPH.

II.6.2.1. Pouvoir de piégeage du radical DPPH

L'activité antioxydant des radicaux libres DPPH a été largement utilisé pour déterminer l'activité antioxydante de différentes matrices (Oliveira et al., 2007 ;Pereira et al., 2007 ;Oliveira et al., 2008 ;Sousa et al., 2008).

La figure.7 suivante illustre le pourcentage d'inhibition du radical DPPH par différentes concentrations de l'extrait d'écorce de l'orange sanguine.

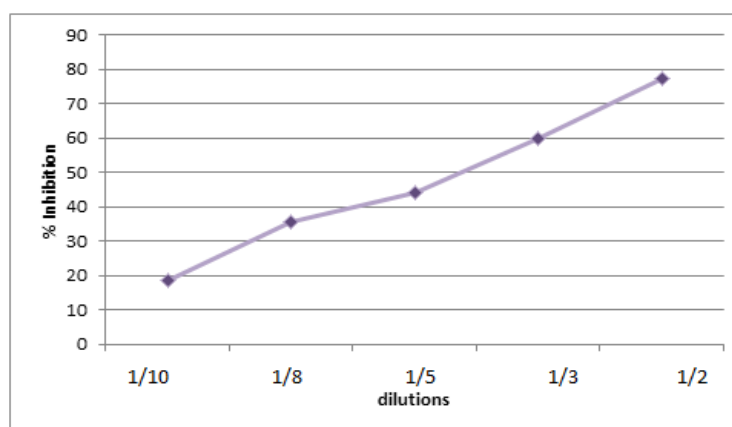


Figure .7. Activité anti radicalaire d'extrait d'orange sanguine

D'après les résultats, la neutralisation du radical augmente avec l'augmentation des concentrations. L'inhibition minimale est notée à la dilution 1/10 de 18.71% alors que l'inhibition maximale est notée à la dilution de 77.28%. Cette activité est due à la richesse de l'extrait de l'écorce en substances bioactives (polyphénols) qui peuvent donner un hydrogène et réduire ainsi le radical DPPH (Nanjo et al. 1996 ; Huang et al. 2005).

II.6.2.2. Pouvoir réducteur

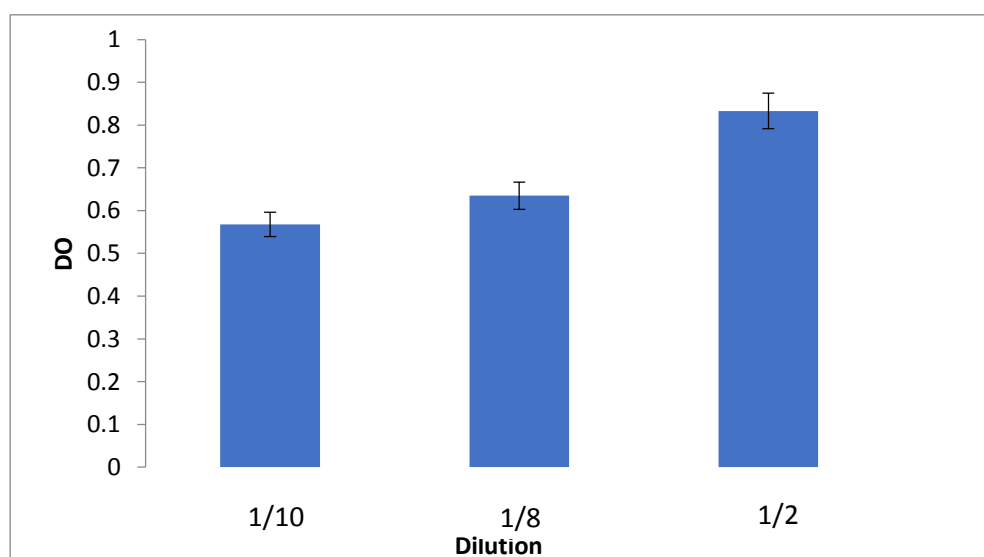


Figure .8. : Pouvoir réducteur de l'extrait d'écorce d'orange (sanguine)

Comme l'activité antioxydante (DPPH), le pouvoir réducteur de l'extrait augmente avec l'augmentation de la quantité de l'extrait ; cela indique que la capacité réductrice est corrélée avec la quantité de l'extrait. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par [Zheng et al., \(2011\)](#) qui ont signalé que le pouvoir réducteur de l'extrait d'écorce de grenade augmente linéairement avec l'augmentation de la concentration.

L'extrait riche en polyphénols, révèlent le meilleur pouvoir de réduction du fer donc il est évident que l'activité antioxydante de l'extrait d'orange est due à la présence des composés phénoliques qui agissent comme des réducteurs et des inhibiteurs des oxydants, en raison de la présence d'un groupement hydroxyle qui peuvent servir de donneur d'électrons ([Siddhuraju et Becker, 2007](#)).

D'après ces résultats, les extraits de l'écorce peuvent agir autant que donneurs d'hydrogène et d'électrons.

II.7.Enrichissement de l'huile végétale avec l'écorce d'orange

II.7.1. Caractérisation phyto-chimique

II.7.1.1. Polyphénols totaux

Les polyphénols ont montré des propriétés antimicrobienne, hypolipidémiques, hypocholestérolémiantes et anticancérigènes ([Mulnacci et al., 2001](#)). De plus, les polyphénols agissant comme antioxydants, préviennent de la détérioration oxydative des corps gras et des huiles et maintiennent la qualité organoleptique des huiles.

Les résultats obtenus pour le dosage des TPC des huiles enrichie et non enrichies sont exprimés en mg Equivalent Acide Gallique (mg EAG /kg huile)

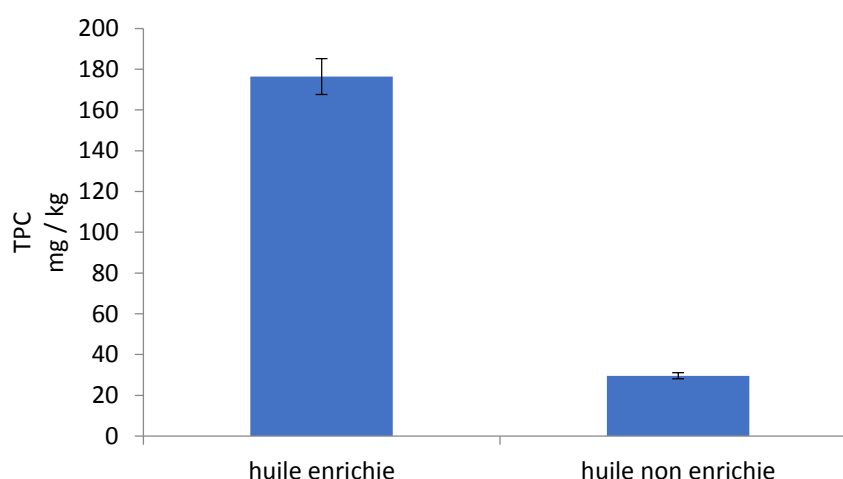


Figure.9. Teneur en polyphénols totaux des huiles enrichies et non enrichies.

La teneur en polyphénols des échantillons de l'huile de friture enrichie est de 176.41 ± 32.13 mg/kg et de 29.62 ± 17.77 mg/kg dans l'huile non enrichie. De ce fait, les résultats de l'étude montre que les huiles enrichie présentent des teneurs plus élevées en polyphénols grâce à la poudre des écorces. Selon [Dandjouma et al., \(2008\)](#), l'huile riche en polyphénols permet d'améliorer le profil lipidique et diminuerait ainsi les risques cardio-vasculaires. Donc, huile obtenue pourrait avoir plus d'effet positif sur la santé.

II.7.1.2. Evaluation du pouvoir antioxydant (Test DPPH)

Le test de DPPH est l'un des tests les plus utilisés pour déterminer l'activité anti-radicalaire ([Laguerre et al., 2007](#)). Les résultats de l'activité antioxydant de nos échantillons, sont illustrés dans la figure ci-dessous :

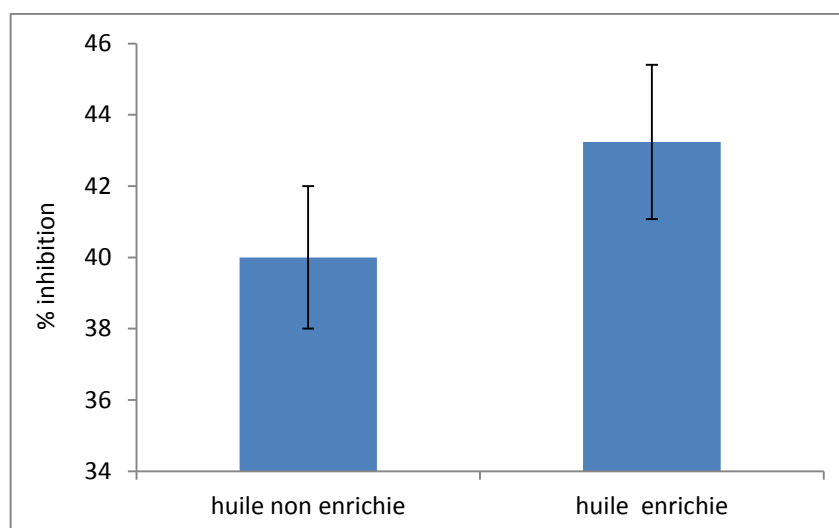


Figure.10. Pouvoir antioxydant de l'huile enrichie et l'huile non enrichie.

Selon la Figure.10, on peut constater que l'huile enrichie présente le pourcentage d'inhibition le plus élevé, estimé à 43.25 %, par contre l'huile non enrichie présente un pourcentage plus faible 40 %. Cela montre qu'il y a une bonne corrélation entre l'activité anti-radicalaire au DPPH et la teneur en polyphénols ce qui est en accord avec les résultats de [Dairi et al., \(2014\)](#). Néanmoins, de très grandes différences de points de vue sont notées à propos de cette corrélation. Certains travaux ont montré une bonne corrélation entre les IC_{50} et la teneur en polyphénols et en flavonoïdes, à l'apposé d'autres études n'ont pas établie cette corrélation ([Athamena, et al., 2010](#)). Par ailleurs, il est bien établi que l'activité antioxydant est corrélée positivement avec la structure des polyphénols. Généralement, les polyphénols avec un nombre élevé des groupements hydroxyyles présentent l'activité antioxydant la plus élevée ([Heim et al., 2002](#)) due à leur pouvoir de donner plus d'atomes

d'hydrogène pour stabiliser les radicaux libres (Torres et al., 2007). Ainsi, l'effet antioxydant n'est pas seulement dose-dépendant mais également structure- dépendant (Rodriguez-Bernaldo et al., 2009).

II.7.2. Evaluation de la stabilité thermique de l'huile témoin et l'huile enrichie

En vue de voir est ce que l'enrichissement par l'écorce d'orange peut améliorer la stabilité thermique et oxydative de l'huile enrichie, différents paramètres ont été analysés.

II.7.2.1. Indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde permet d'évaluer le niveau d'oxydation d'une huile et sa capacité à se conserver dans le temps (Douane, 2006). C'est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (Debbou et chouana, 2003).

Les résultats obtenus sont exprimés en meq d'O₂/kg d'huile et sont représentés dans la Figure ci-dessous.

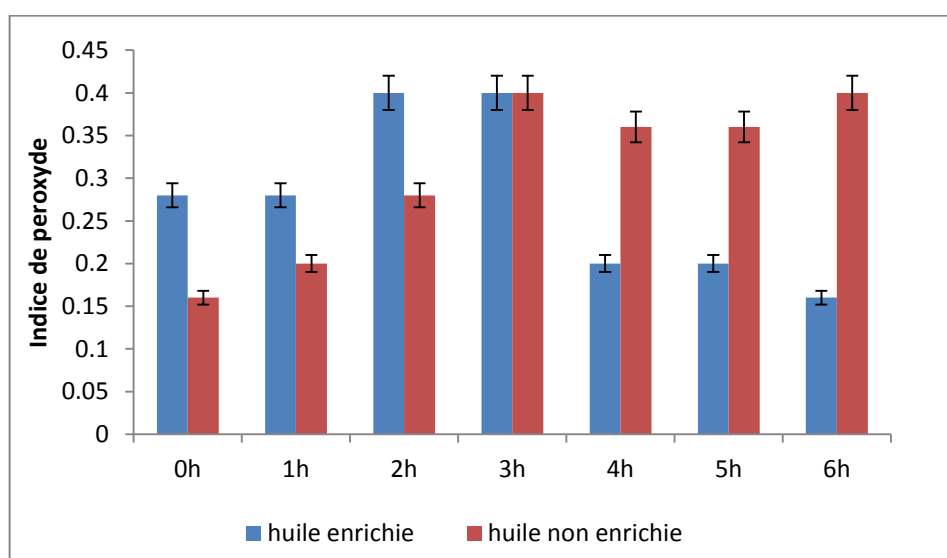


Figure.11. Evolution de l'indice de peroxyde au cours du chauffage

L'augmentation de l'indice de peroxyde est liée à l'évolution de la concentration en hydro peroxydes formés au cours de la thermo oxydation des acides gras insaturés.

D'après les résultats, Il apparait clairement que la thermo oxydation fait augmenter l'indice de peroxyde pour l'huile non enrichie de 0.16 à 0.4 meq d'O₂/kg d'huile après 3 heures de traitement, soit une augmentation de 150 %. Après, on constate qu'il y a une diminution de l'indice de peroxyde pour atteindre une valeur de 0,36 meq d'O₂/kg d'huile. L'augmentation de l'indice de

peroxyde est due aux peroxydes formés par oxydation des acides gras insaturés et qui évoluent ensuite vers des structures secondaires « produits volatiles et non volatiles » ce qui se traduit par une diminution de cet indice (Perrin, 1992).

Pour l'huile enrichie, il y a une augmentation dans les 3 premières heures, de 0,28 à 0,4 meq d'O₂/kg d'huile soit une augmentation de 43%. Après, une diminution progressive de l'indice de peroxyde au fur et à mesure que le temps de chauffage augmente. Le même résultat a été trouvé par Guillaumin (1969), EL-et al. (1992) et Bitam (2005).

La différence de degré d'oxydation entre l'huile enrichie et l'huile non enrichie peut être interprétée par le fait que la poudre incorporée peut protéger l'huile contre l'oxydation car elle libère dans l'huile des composés bioactifs (flavonoïdes) qui sont des bons captures des radicaux libres (Kochhar, 2009). De plus, les résultats montrent que la décomposition des hydro peroxydes est plus prononcée dans l'huile enrichie.

Les études menées par Chan et al (1982), ont montré que l'oxydation de l'huile de friture est attendue pour sa pauvreté en antioxydants naturels. Par conséquent, notre huile est plus riche en polyphénols, alors elle peut être plus résistante à l'oxydation.

II.7.2.2. Indice d'extinction spécifique (K₂₃₂ et K₂₇₀)

L'examen spectrophométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (Bamouh, 2001).

Les résultats de la détermination du coefficient d'extinction à une longueur d'onde de 270 nm (K₂₇₀) et de 232 nm (k₂₃₂) sont illustrés dans la Figure ci-dessous :

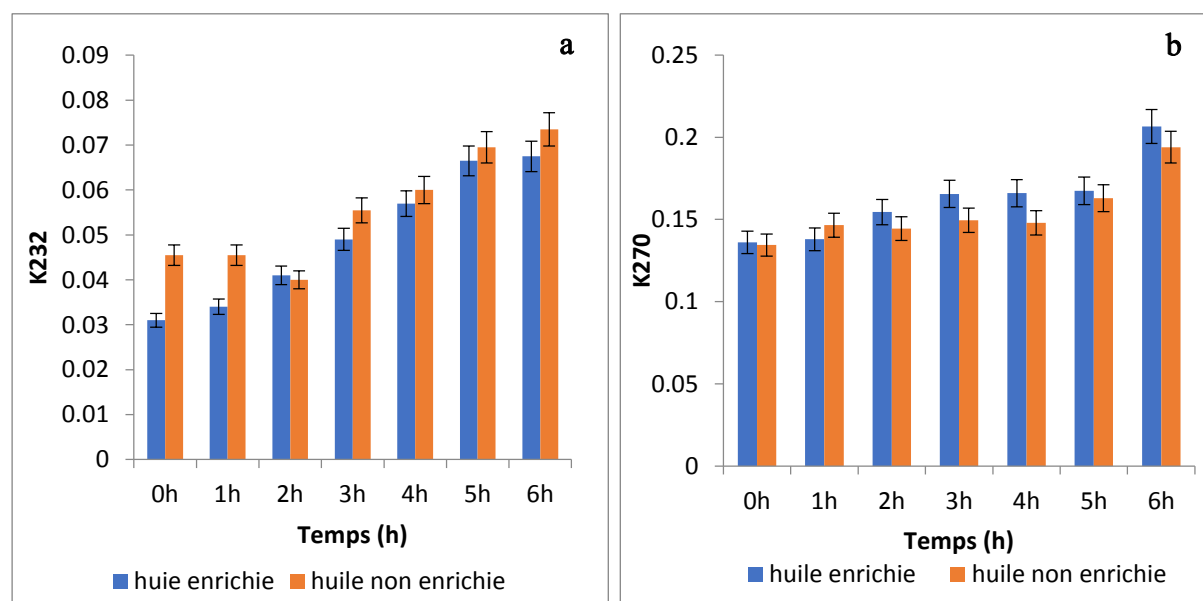


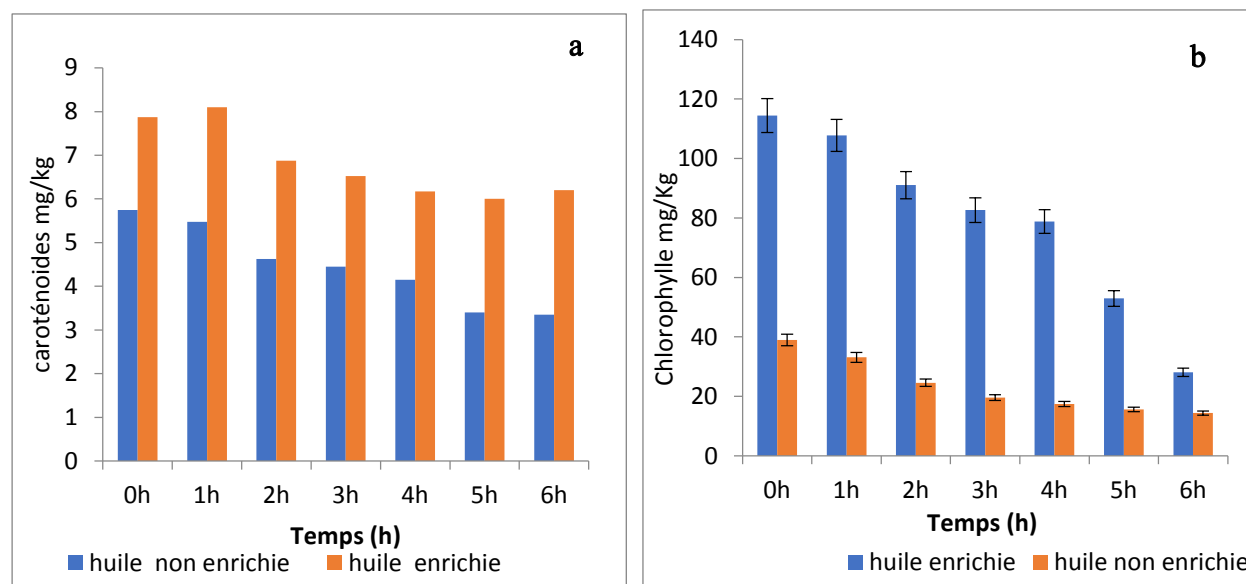
Figure.12. Les coefficients d'extinctions K_{232} (a) et K_{270} (b).

D'après les résultats obtenus, on constate une augmentation de K_{232} de 54.07% pour l'huile enrichie et de 38.09 % pour l'huile non enrichie après 6 heures de traitement. Les résultats obtenus avec les huiles chauffées sont liés à l'augmentation de la concentration en hydro peroxydes formés au cours de l'oxydation primaires des acides gras insaturés.

Les résultats de la détermination de coefficient d'extinction à 270 nm montrent que toutes les huiles présentent des valeurs de l'absorbance K_{270} très élevées. Une augmentation de K_{270} de 34.41% pour l'huile enrichie et de 30.67 % pour l'huile non enrichie, mais pas de différence significative. Ceci est dû à la formation des produits secondaires d'oxydation (analysés par l'absorption K_{270}) durant toutes les heures de stockage pour toutes les huiles étudiées. Ces résultats sont en accord avec ceux de [Gharby et al., \(2014\)](#).

II.7.2.3. Dosage des caroténoïdes et des chlorophylles

Les teneurs en pigments chlorophylliens et caroténoïdes des huiles ont été calculées après lecture des densités optiques à 670 et 470 nm respectivement. Ces teneurs en pigments sont calculées en tenant compte des coefficients d'extinction de 2000 et 613 respectivement pour les carotènes et les chlorophylles totales ([Minguez–Mosquera et al., 1991](#)). Les résultats du dosage des caroténoïdes et des chlorophylles des échantillons sont présentés dans la figure ci-dessous (en mg/kg d'huile)

**Figure.13.** Teneur en caroténoïdes (a) et chlorophylles (b) des huiles enrichies et non enrichies

La teneur en chlorophylles diminue d'une façon linéaire au cours de chauffage pour les deux huiles étudiées. Néanmoins, l'huile enrichie présentait toujours des teneurs plus élevées jusqu'à

6 h de chauffage. L'importante dégradation des chlorophylles observée lors du chauffage des huiles peut être due à thermo-dégradation. La dégradation des chlorophylles a pour conséquence visible, la perte de coloration de l'huile.

Les caroténoïdes totaux évoluent de la même manière que les chlorophylles. En effet, pour toutes les huiles analysées, on observe une perte des caroténoïdes en fonction du temps de chauffage. Les pertes observées au bout de 6 heures de stockage à 130°C sont de l'ordre de 30.96% pour l'huile non enrichie contre 21.21% pour celle enrichie. Cette diminution des caroténoïdes peut être due à l'implication de ces substances dans la résistance oxydative de l'huile.

D'après ces résultats, on peut constater que l'huile enrichie après chauffage présente une composition toujours plus riche en caroténoïdes et chlorophylles que celle de l'huile témoin.

II.8. Caractérisation de la boisson cherbet enrichie

II.8.1. Détermination du pH

Le pH est un paramètre déterminant l'aptitude à la conservation des aliments. Il constitue l'un des principaux obstacles que la flore microbienne qu'elle doit franchir pour assurer sa prolifération ([Sadler et Murphy, 2010](#)). Les valeurs du pH enregistrées sont regroupées dans le tableau :

Tableau.4. Détermination du pH des trois échantillons étudié

Boisson	pH
Enrichi 5%	3.7
Enrichi 10%	3.93
Non enrichi	3.04

D'après les résultats illustrés dans le tableau, nous remarquons que les valeurs du pH des boissons enrichis (5% et 10%) sont supérieures à celle de boisson non enrichi.

L'étape d'enrichissement n'a pas exercé un grand effet sur le pH des boissons, toutefois une augmentation du pH a été remarquée pour les boissons enrichis. Cela peut être expliqué par le fait qu'il y a des substances alcalinisâtes dans l'écorce d'orange.

Selon [Rutledge \(1996\)](#), le pH du boisson doit être inclut dans l'intervalle de 3 à 4 pour mieux conserver les qualités de la boisson. Toutefois nos résultats semblent être supérieurs à ceux signalés par [Versari et al., \(2008\)](#), et qui varient entre 3,24 et 3,30.

II.8.2. Détermination du degré Brix

Le degré Brix est l'un des critères de base utilisé pour la définition de boisson de fruits. Théoriquement, il est bien connu que le degré Brix indique le pourcentage de matière sèche soluble dans l'eau du boisson de fruit. Il peut dépendre de nombreux facteurs dont la variété, la région de croissance, le niveau de maturité, etc. (Turkmen et Eksi, 2011).

Les résultats obtenus pour la mesure du degré Brix de la boisson enrichis et non enrichis sont représentés dans la figure ci-dessous :

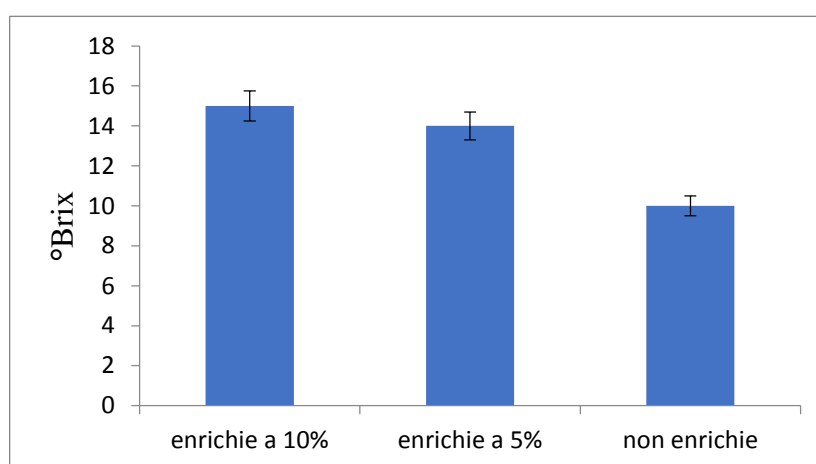


Figure.14. Teneurs en *extrait sec* des boissons (°Brix).

D'après la figure III.12, nous remarquons un taux de Brix faible de la boisson non enrichi avec une valeur de 10° Brix suivi par la boisson enrichie à 5% avec un Brix de 14°, et enfin celle enrichie à 10% avec 15°Brix. Cela signifie que la boisson enrichie présente un Brix plus élevée, donc, elle contient plus de l'extrait sec soluble (plus de sucres).

La comparaison de nos résultats avec d'autres travaux a révélé que les taux de Brix obtenus concordent avec ceux de plusieurs études dont Roussos et al.,(2011) et Leccese et al., (2012) qui ont constaté des taux de Brix de 10,6 à 15,2.

Cependant les valeurs du Brix des trois boissons, enrichies (5% et 10%) et non enrichies, sont conformes aux normes exigées par le Codex Alimentarius.

II.8.3. détermination de l'acidité titrable

L'acidité est parmi les principaux paramètres qui déterminent la qualité des fruits, elle est très souvent utilisée pour la caractérisation technologique des produits issus de la transformation des fruits (Lozano, 2006). L'évolution de l'acidité des boissons est illustrée dans figure ci-dessous.

L'acidité des boissons a augmenté de 0,32% à 0,53%. D'après ces résultats, on peut conclure que la poudre augmente l'acidité par la migration des acides organiques contenus à partir de la poudre dans la boisson.

Ces résultats sont proches de ceux cités par Lopez, (2002) (0.5 et 1%). Toutefois Haendler et al., (1965) ont donné des valeurs supérieures, variant entre 3 et 4%

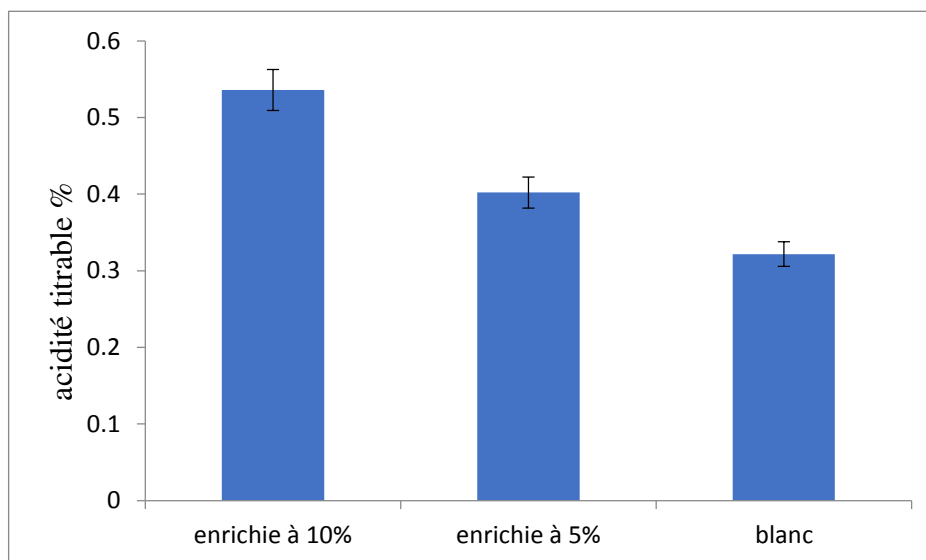


Figure.15. Comparaison de l'acidité titrable (%) des échantillons de boissons

II.8.4. Détermination des cendres

Le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans une boisson. Les taux de cendres moyens enregistrés sont représentés dans le tableau :

Tableau.5. La teneur en minéraux ou le taux de cendres %

Boisson	% Cendre
Enrichi 10%	2 ± 0
Enrichi 5%	1.5 ± 0
Non enrichi	1 ± 0

Nous constatons selon le tableau que la boisson enrichie à 10% est relativement plus riche en sels minéraux (2 %) comparativement à celle enrichie à 5% ($1.5 \pm 0\%$) et non enrichie ($1 \pm 0\%$).

Il y a une corrélation positive entre la quantité de la poudre ajoutée et le taux de cendres. Cette teneur est légèrement supérieure à celle rapportée par Barkat et al., (2012).

II.8.5. Dosage des composés bioactifs (anthocyanes et polyphénols)

Le dosage des polyphénols est basé sur la réduction du mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique du réactif de Folin-Ciocalteu, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu de tungstène (Vermeris et Nicholson, 2008).

Après l'ajout du réactif du Folin-Ciocalteu et de carbonate, une couleur bleue est obtenue dont l'intensité varie en fonction de la concentration phénolique des extraits. Les résultats du dosage des polyphénols totaux obtenus, exprimés en mg d'équivalent d'acide gallique (EAG)

Ces résultats sont illustrés dans la figure (a) ci-dessous :

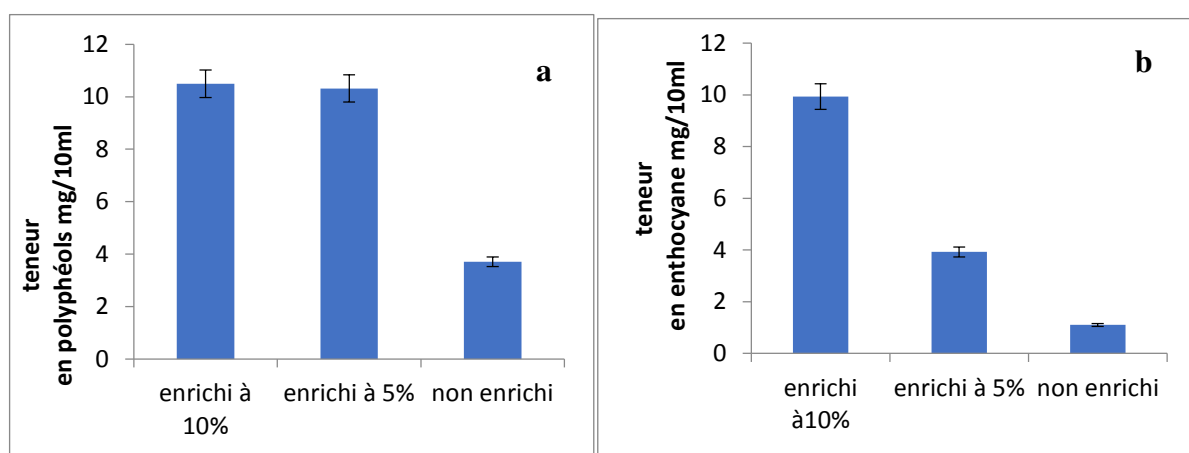


Figure.16. Teneur en polyphénols (a) et anthocyanes (b)

Le dosage des polyphénols montre qu'il y a une augmentation de 64.05% pour la boisson enrichie à 5% et de 64.66% pour la boisson enrichie à 10%. Les anthocyanes sont des pigments naturels solubles dans l'eau allant de toutes les couleurs du rouge au bleu. Les anthocyanes apparaissent principalement dans les fruits mais aussi dans les écorces.

Les résultats de dosage sont représentés dans la figure. Nos résultats montrent clairement, que la boisson non enrichie présente une faible teneur en anthocyanes, mais une augmentation des taux d'anthocyanes après l'enrichissement a été observée. Cette augmentation est de 71.93% pour la boisson enrichie à 5% et de 88.28% pour la boisson enrichie à 10%.

On peut expliquer cette augmentation par le fait que la poudre ajoutée est une source importante des composés bioactifs tels que les polyphénols et les anthocyanes.

II.8.6. Evaluation de l'activité antioxydante

II.8.6.1. Test DPPH

Les résultats de la capacité antioxydante évaluée par le test DPPH, sont donnés dans la figure ci-dessous :

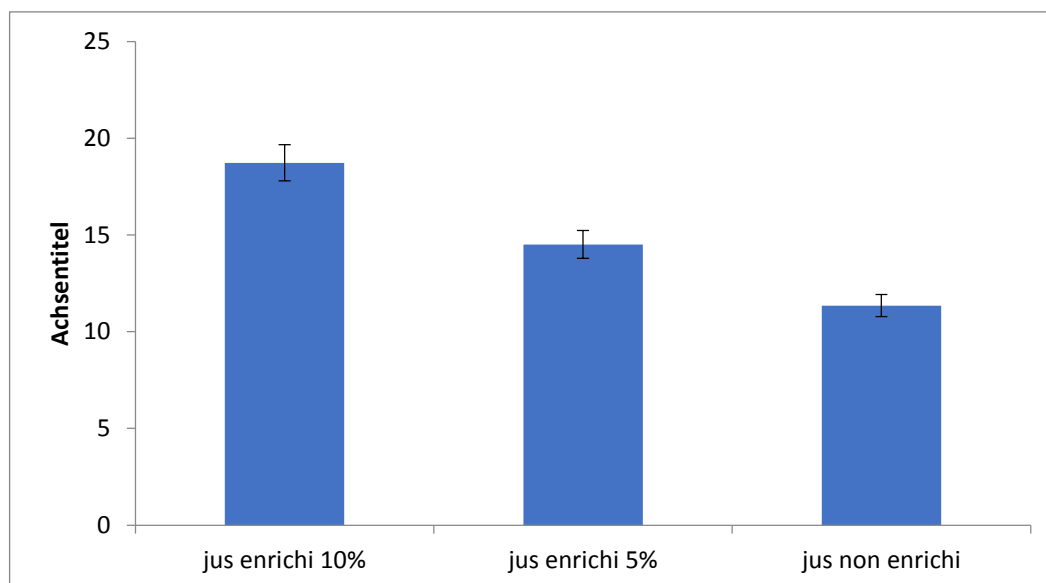


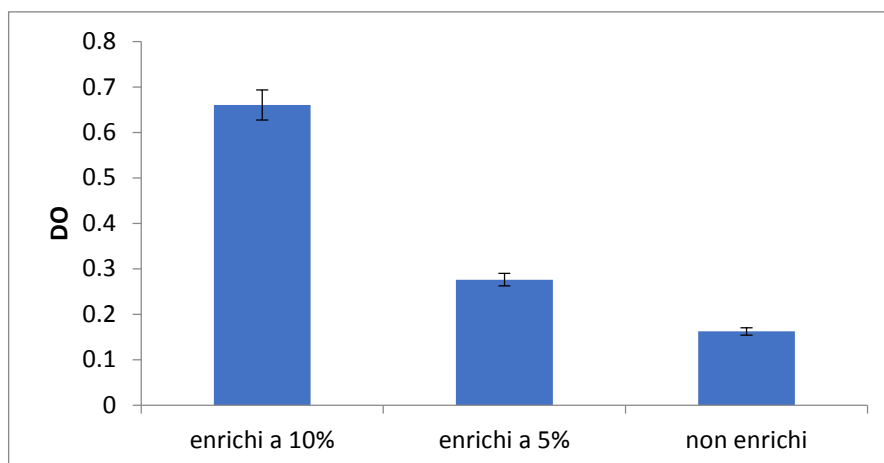
Figure.17. Test scavenger du radical DPPH

D'après la figure.17, nous remarquons que l'activité antioxydante des boissons est de $32,72 \pm 1,9\%$, $14,51 \pm 1,3\%$ et $11,35 \pm 6,2\%$ pour la boisson enrichie à 10%, à 5% et la boisson non enrichi respectivement. Une forte corrélation est remarquée entre l'activité antioxydante et la teneur en polyphénols totaux des 3 boissons étudiées. Plusieurs études ont évalué l'activité antioxydante des boissons, les résultats ont montré qu'il possède une activité antioxydante importante et celle-ci est corrélée avec la teneur en composés phénoliques (Pincemail et al., 2015 ; cherif et al., 2006 ; Dhuique-Mayer., 2007). Les études de Dragović-Uzelac et al., (2009), qui ont cherché à mettre en évidence la corrélation entre la teneur en polyphénols et l'activité antioxydante des produits de fruits et légumes, ont montré que les composés phénoliques contribuent directement à la capacité antioxydante.

II.8.6.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur d'un extrait est associé à son pouvoir anti-radicalaire. Cette technique permet de mesurer la capacité des extraits testés à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) présent dans le complexe $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ en fer ferreux (Fe^{2+}) (Ladoh et al., 2014).

Dans notre travail, nous avons testé les 3 échantillons du boisson, et les résultats obtenus sont illustrés dans la figure.II.18



Figur.18. Pouvoir réducteur des boissons enrichies et non enrichies.

D'après ces résultats, nous remarquons que la capacité de réduction du fer est proportionnelle à l'augmentation de la concentration des échantillons en poudre ajoutée. Tous nos échantillons présentent des activités antioxydantes nettement supérieures que celle de la boisson non enrichie. Ce dernier a présenté une absorbance de 0.66 soit une augmentation de 312 %.

Nous pouvons déduire l'enrichissement permet d'améliorer d'une façon significative le pouvoir réducteur de la boisson étudiée.

D'après l'ensemble de ces résultats, on a constaté que la boisson enrichie a présenté une qualité nutritionnelle plus importante que celle non enrichie. En effet, elle est plus riche en sucres, en substances minérales et en substances bioactives (antioxydant) tel que les polyphénols totaux. De plus, elle possède des activités antioxydantes plus élevées.

II.8.7. Analyse de la couleur

Les résultats d'une analyse spectrophotométrique de la couleur des boissons étudiés sont illustrés dans le tableau ci-dessous :

Tableau.6 : les paramètres de la couleur des jus

Jus	IC	% de la couleur bleue	% de la couleur rouge	La teinte
Non enrichi	1.30	22.03	26.38	1.23
Enrichi à 5%	2.12	22.75	46.86	0.74
Enrichi à 10%	4.18	40.70	47.36	0.72



Figure.19.les couleurs des trois jus obtenu (non enrichi, enrichi a 5% et a 10%)

Intensité de coloration (IC), c'est la somme des mesures de densité optique à 420 nm, 520 nm et 620 nm. Cette mesure est une indication de la quantité des pigments colorants (anthocyanes ou flavones). Le résultat obtenu montre que les boissons enrichies (5% et 10%) contiennent des quantités élevées en pigments, 2.12 et 4.18 respectivement, et de 1.30 pour la boisson non enrichie.

L'ajout de la poudre, améliore la teinte en augmentant l'intensité du rouge et même de bleu. Ceci confirme les propriétés anti-oxydantes de la poudre, et sa richesse en pigments colorants

conclusion

Le présent travail s'intéresse à l'étude comparative de deux procédés de séchage et l'influence de ces procédés sur la teneur en composés phénoliques d'une part ; et d'autre part valorisation de l'écorce d'orange sanguine. Les cinétiques de séchage montrent que, avec les méthodes innovantes du séchage assisté par micro-onde, les sous-produits se déshydratent plus rapidement par rapport à la méthode conventionnelle et les substances bioactives sont mieux préservées, ainsi que la couleur. En outre les résultats de dosage des polyphénols totaux montrent que la teneur la plus élevée est obtenue pour l'échantillon séché à la puissance 640W.

En effet, les résultats obtenus montrent que l'écorce de l'orange contient une grande quantité de phénols qui est de 9.82 ± 0.17 mg /g, anthocyanes 7.23 ± 0.8 mg/g et en caroténoïdes 1.062 mg/g, et en pectines 33.5%

L'enrichissement de l'huile de friture par la poudre de l'écorce d'orange semble améliorer la qualité nutritionnelle de l'huile, son activité antioxydante et sa stabilité thermique par réduction de la formation des diènes conjugués.

Concernant l'enrichissement de la boisson cherbet a permet d'améliorer sa qualité nutritionnelle par augmentation de sa teneur en polyphénols totaux, anthocyanes et en caroténoïdes. De plus, une augmentation de son °Brix et son activité antioxydante a été également observé

*Références
bibliographique*

A

Addou, A. (2009). *Traitement des déchets: valorisation, élimination*. Ellipses.95-98

Akyildiz, A., Aksay, S., Benli, H., Kiroğlu, F., & Fenercioğlu, H. (2004). Determination of changes in some characteristics of persimmon during dehydration at different temperatures. *Journal of food engineering*, 65(1), 95-99.

Athamena, S., Chalghem, I., Kassah-Laouar, A., Laroui, S., & Khebri, S. (2010). Activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits de *Cuminum cyminum* L. *Lebanese Science Journal*, 11(1), 69-81.

Ayadi, M. A., Grati-Kamoun, N., & Attia, H. (2009). Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. *Food and chemical toxicology*, 47(10), 2613-2619.

B

Barkat, M. Impact de deux procédés technologiques (jus et confiture) et du séchage sur les polyphénols et les caroténoïdes de l'abricot.

Bendjabeur ,S.(2012).Evaluation du pouvoir antioxydant et antimicrobien des extraits vegetaux(en cas de la grenade *Punica granatum* L.)en vue de leur utilisation alimentaire.154, 75p.

Bitam, A. (2005). Effets nutritionnels des huiles thermooxydées sur certains paramètres structuraux et fonctionnels chez le rat en croissance (Doctoral dissertation, INA).

C

Chan, S. I. (1982). Cholesterol-phospholipid interaction in membranes. 1. Cholestane spin-label studies of the phase behavior of cholesterol-phospholipid liposomes. *Biochemistry*, 21(16), 3821-3830.

Chandrasekaran, M. (2012). *Valorization of food processing by-products*. CRC Press.

Chanforan, C. (2010, September). Stabilité de microconstituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation: études en

systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate. Avignon

Chekroune, M. (2009). Étude comparative de deux techniques de séchage (convection et micro-onde) par application des plans d'expérience cas de fruit de datte (Doctoral dissertation).

Cherif, J. K., M Rabet, I., El Habiri, M., Abidi, R., & Albrecht-Gary, A. (2006). Measurement of the antiradical efficiency of Tunisian orange juice and skins using the DPPH radical. *FRUITS-PARIS-*, 61(2), 99.

Chinnici, G., Pecorino, B., & Scuderi, A. (2013). Environmental and economic performance of organic citrus growing.quality-Access to success .

D

Dairi, S., Madani, K., Aoun, M., Him, J. L. K., Bron, P., Lauret, C., ... & Carbonneau, M. A. (2014). Antioxidative properties and ability of phenolic compounds of *Myrtus communis* leaves to counteract in vitro LDL and phospholipid aqueous dispersion oxidation. *Journal of food science*, 79(7), C1260-C1270.

Dandjouma, A. A., Tchiegang, C., & Parmentier, M. (2008). Evolution de quelques paramètres de qualité physico-chimique de l'huile de la pulpe des fruits de *Canarium schweinfurthii* Engl. au cours du stockage. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 2(3), 249-257.

Debbou, B., & Chouana, T. (2003). Extraction et caractérisation biochimique de huile d'argan (*Argania spinosa* L. Skeels). *Mémoire d'Ingénieur en technologie alimentaire. Institut national de recherche agronomique*. 83p.

Delgado-Pelayo, R., Gallardo-Guerrero, L., & Hornero-Méndez, D. (2014). Chlorophyll and carotenoid pigments in the peel and flesh of commercial apple fruit varieties. *Food research international*, 65, 272-281.

Dewanto, V., Wu, X., Adom, K. K., & Liu, R. H. (2002). Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(10), 3010-3014.

Dhuique-Mayer, C., Ruales, J., & Vaillant, F. (2008). Identifying carotenoids and phenolic compounds in naranjilla (*Solanum quitoense* Lam. var. Puyo hybrid), an Andean fruit. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(24), 11890-11899.

Donzo, M., Sarra, A., Diop, M., Samb, A., Bassene, E., & Barrym, S. (2015). Dosage des flavonoïdes totaux et détermination du pouvoir antioxydant dans l'extrait brut des écorces de tronc de *Uapaca togoensis* (Aub. et Léan.) Pax. *مجلة الواحات للبحوث و الدراسات*, 8(1), 11-17.

Douane, C. (2006) *Amélioration de la qualité du produit et des procédés de production du beurre de karité biologique et de la logistique des opérations en Afrique: cas du Burkina Faso* (Doctoral dissertation, Université du Québec à Trois-Rivières).

Doymaz, I. (2004). Effect of pre-treatments using potassium metabisulphide and alkaline ethyl oleate on the drying kinetics of apricots. *Biosystems Engineering*, 89(3), 281-287.

Dragović-Uzelac, V., Bursać Kovačević, D., Levaj, B., Pedisić, S., Mezak, M., & Tomljenović, A. (2009). Polyphenols and antioxidant capacity in fruits and vegetables common in the Croatian diet. *Agriculturae Conspectus Scientificus (ACS)*, 74(3), 175-179.

E

El Kalamouni, C. (2010). *Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées* (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Toulouse).

El Mannoubi, I., Skanji, T., Barrek, S., & Zarrouk, H. (2010). CARACTÉRISATION DE L'HUILE DES GRAINES DE L'ORANGE MALTAISE (CITRUS SINENSIS) POUSSANT EN TUNISIE. *Journal de la Société Chimique de Tunisie*, 12, 31-36.

Etebu, E., & Nwauzoma, A. B. (2014). A review on sweet orange (*Citrus sinensis* L Osbeck): health, diseases and management. *Am J Res Commun*, 2(2), 33-70. **Effat et al** Charactrization of carotenoids (lyco-red) extracted from tomato peels and its uses as natural colorants and antioxidants of ice cream

Etiévant, M., Ollivier, H., Quicke, J., & Sautet, J. (1962). Oranges et jus d'oranges d'Algérie sur le marché marseillais. *Annals of Nutrition and Metabolism*, 4(3), 220-238.

F

Feng, H., & Tang, J. (1998). Microwave finish drying of diced apples in a spouted bed. *Journal of Food Science*, 63(4), 679-683.

G

- Georgé, S., Brat, P., Alter, P., & Amiot, M. J. (2005). Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(5), 1370-1373.
- Ghanem, N., Mihoubi, D., Kechaou, N., Boudrioua Mihoubi, N., (2012). Microwave dehydration of tress citrus peel cultivars: effect on water and rotenion capacities, color, shrinkage and total phenols content.
- Gharby,S., Harhar, H., Bouzoubaa, Z., Roudani, A., Chafchaoui, I., Kartah, B., & Charrouf, Z. (2014). Effet des Polyphénols extraits des margines sur la stabilité de l'huile de tournesol (Effect of Polyphenols extracts from margins on the stability of sunflower oil). *J. Mater. Environ. Sci*, 5(2), 464-469.
- Ghedira, K. (2005). Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Phytothérapie*, 3(4), 162-169.
- Ghorraf, S., & Boumenad, H. (2016). *Contribution à l'étude de confisage des fruits pour deux catégories différentes" Ecorces d'Oranges et Abricots"*(Doctoral dissertation).
- Giusti, M. M., & Wrolstad, R. E. (2001). Characterization and measurement of anthocyanins by UV-visible spectroscopy. *Current protocols in food analytical chemistry*.
- Goupy, P., Dufour, C., Loonis, M., & Dangles, O. (2003). Quantitative kinetic analysis of hydrogen transfer reactions from dietary polyphenols to the DPPH radical. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(3), 615-622.
- Grigoraş, C. G. (2012). *Valorisation des fruits et des sous-produits de l'industrie de transformation des fruits par extraction des composés bioactifs* (Doctoral dissertation, Université d'Orléans).
- Grosso, G., Galvano, F., Mistretta, A., Marventano, S., Nolfo, F., Calabrese, G., ... & Scuderi, A. (2013). Red orange: experimental models and epidemiological evidence of its benefits on human health. *Oxidative medicine and cellular longevity*, 2013.
- Guillou, M. (2013). Le traitement des déchets. R. Moletta (Ed.). Éd. Tec & doc.
- Guillaumin R., 1969 : Composés non-volatils formés lors des fritures. Rev. Fr. Corps gras, 10, 3, pp : 189-204.
- Guan, L., Dai, Z., Wu, B. H., Wu, J., Merlin, I., Hilbert, G., ... & Delrot, S. (2016). Anthocyanin biosynthesis is differentially regulated by light in the skin and flesh of white-fleshed and teinturier grape berries. *Planta*, 243(1), 23-41.

H

Haendler, L. (1965). La passiflore, composition chimique du fruit et possibilités de transformation. *Fruits*, 20(5), 235-245.

Heim, K. E., Tagliaferro, A. R., & Bobilya, D. J. (2002). Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships. *The Journal of nutritional biochemistry*, 13(10), 572-584.

I

Inoue, T., Tsubaki, S., Ogawa, K., Onishi, K., & Azuma, J. I. (2010). Isolation of hesperidin from peels of thinned Citrus unshiu fruits by microwave-assisted extraction. *Food Chemistry*, 123(2), 542-547.

ISO 1842 (1992) : Produits dérivés de fruits et légumes, Mesure du pH.

ISO 750 (1981) : Produits dérivés de fruits et légumes, Mesure de l'acidité titrable

J

Jacquemond, C., Curk, F., & Heuzet, M. (2013). *Les clémentiniers et autres petits agrumes*. Editions Quae.

K

Kalantzakis, G., Blekas, G., Pegklidou, K., & Boskou, D. (2006). Stability and radical-scavenging activity of heated olive oil and other vegetable oils. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108(4), 329-335.

Kammoun, M., Miladi, S., Ali, Y. B., Damak, M., Gargouri, Y., & Bezzine, S. (2011). In vitro study of the PLA2 inhibition and antioxidant activities of Aloe vera leaf skin extracts. *Lipids in health and disease*, 10(1), 30.

Kelebek, H., Canbas, A., & Selli, S. (2008). Determination of phenolic composition and antioxidant capacity of blood orange juices obtained from cvs. Moro and Sanguinello (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) grown in Turkey. *Food Chemistry*, 107(4), 1710-1716.

Kubra, I. R., & Jagan Mohan Rao, L. (2012). Microwave drying of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) and its effects on polyphenolic content and antioxidant activity. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(11), 2311-2317.

L

Ladoh, Y. C. F., Dibong, S. D., Nyegue, M. A., Djembissi, T. R. P., Lenta, N. B., Mpondo, M. E., ... & Wansi, J. D. (2014). Activité antioxydante des extraits méthanoliques de *Phragmanthera capitata* (Loranthaceae) récoltée sur *Citrus sinensis*. *Journal of Applied Biosciences*, 84(1), 7636-7643.

Laguerre, M., Lecomte, J., & Villeneuve, P. (2007). Evaluation of the ability of antioxidants to counteract lipid oxidation: Existing methods, new trends and challenges. *Progress in lipid research*, 46(5), 244-282.

Leccese, A., Bartolini, S., & Viti, R. (2012). Genotype, harvest season, and cold storage influence on fruit quality and antioxidant properties of apricot. *International journal of food properties*, 15(4), 864-879.

Lichtenthaler, H. K. (1999). The chlorophyll fluorescence ratio F_{735}/F_{700} as an accurate measure of the chlorophyll content in plants. *Remote Sensing of Environment*, 69(3), 296-302.

Lopez, A. D. (2002). Caractérisation et optimisation de la flaveur de jus d'orange non fait de concentré.

Lucchesi, M. E. (2005). *Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles* (Doctoral dissertation, Université de la Réunion).

M

M'hiri et al 2015 Effect of different operating conditions on the extraction of phenolic compounds in orange peel tableau

M'hiri, N., Ioannou, I., Ghoul, M., & Mihoubi Boudhrioua, N. (2017). Phytochemical characteristics of citrus peel and effect of conventional and nonconventional processing on phenolic compounds: A review. *Food Reviews International*, 33(6), 587-619.

Mackinney, G. (1962). Les caroténoïdes des fruits. *Fruits*, 17, 341-350.

- Mamma, D., & Christakopoulos, P. (2014). Biotransformation of citrus by-products into value added products. *Waste and Biomass Valorization*, 5(4), 529-549.
- Maran, J. P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., & Sridhar, R. (2013). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydrate polymers*, 97(2), 703-709.
- Marcheix, J. J., Fleuriot, A., & Jay-Allemand, C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux.
- Martínez, R., Torres, P., Meneses, M. A., Figueroa, J. G., Pérez-Álvarez, J. A., & Viuda-Martos, M. (2012). Chemical, technological and in vitro antioxidant properties of mango, guava, pineapple and passion fruit dietary fibre concentrate. *Food Chemistry*, 135(3), 1520-1526.
- Maskan, M. (2000). Microwave/air and microwave finish drying of banana. *Journal of food engineering*, 44(2), 71-78.
- Mechlouch, R. F., Mahdhaoui, B., Elfalleh, W., Mahjoubi, A., & Brahim, A. B. (2014). Mathematical Modeling of Microwave Drying of Beans (*Vicia faba* L.), Peas (*Pisum sativum*) and Tomatoes (Rio grande) in Thin Layer. *International Journal of Energy Engineering*, 4(2A), 25-32.
- Mehinagic, E., Bourles, E., & Jourjon, F. (2011). Composés des fruits d'intérêt nutritionnel: impact des procédés de transformation sur les polyphénols. *Revue Suisse de Viticulture Arboriculture et Horticulture*, 43(6), 364.
- Mekdade, L. (2017). Étude d'extrait moléculaire de microalgues : effet sur les cellules cancéreuses. (Doctoral dissertation, université d'Oran), 913, 70p.
- Minguez-Mosquera, M. I., Rejano-Navarro, L., Gandul-Rojas, B., SanchezGomez, A. H., & Garrido-Fernandez, J. (1991). Color-pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 68(5), 332-336.
- Minguez-Mosquera, M. I., Rejano-Navarro, L., Gandul-Rojas, B., SanchezGomez, A. H., & Garrido-Fernandez, J. (1991). Color-pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 68(5), 332-336.
- Mulinacci, N., Romani, A., Galardi, C., Pinelli, P., Giaccherini, C., & Vincieri, F. F. (2001). Polyphenolic content in olive oil waste waters and related olive samples. *Journal of agricultural and food chemistry*, 49(8), 3509-3514.

N

Nf En 1135 (1994) : Jus de fruits et jus de légumes, Détermination des cendres

Nogboun, A. L., Akmel, D. C., Brou, K., & Assidjou, E. N. (2015). étude du séchage microonde par Intermittence sur la qualité physicochimique des fèves de cacao.

Nóbrega, E. M., Oliveira, E. L., Genovese, M. I., & Correia, R. T. (2015). The Impact of Hot Air Drying on the Physical-Chemical Characteristics, Bioactive Compounds and Antioxidant Activity of Acerola (*Malpighia emarginata*) Residue. *Journal of Food Processing and Preservation*, 39(2), 131-141.

O

Outi, A. ., Yahia ,A.,(2016). Effet du séchage à la micro-onde et à l'étuve sur la composition et l'activité anti oxydante de la tomate (*Solanum lycopersicum L.*)

Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reaction: antioxidative activity of products of browning reaction. *Jpn. J. Nutr*, 44(6).

P

Peñalvo, G. C., Robledo, V. R., Callado, C. S. C., Santander-Ortega, M. J., Castro-Vázquez, L., Lozano, M. V., & Arroyo-Jiménez, M. M. (2016). Improving green enrichment of virgin oil by oregano. Effects on antioxidants. *Food chemistry*, 197, 509-515.

Pincemail, J., Bonjean, K., Cayeux, K., & Defraigne, J. O. (2002). Mécanismes physiologiques de la défense antioxydante. *Nutrition clinique et métabolisme*, 16(4), 233-239.

Plard, J. (2014). *Apport de la chimométrie et des plans d'expériences pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive au cours de différents processus de vieillissement* (Doctoral dissertation, Aix-Marseille).

Popovici, C., Saykova, I., & Tylkowski, B. (2010). Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH.

R

Ramade, F. (2008). *Dictionnaire encyclopédique des sciences de la nature et de la biodiversité*. Dunod.

Robert-Hoarau, C. (2014). *Alimentation santé Alimentation plaisir une question d'équilibre: Alimentation plaisir une question d'équilibre*. Fernand Lanore.

Rodríguez-Bernaldo de Quirós, A., Paseiro-Cerrato, R., Pastorelli, S., Koivikko, R., Simoneau, C., & Paseiro-Losada, P. (2009). Migration of photoinitiators by gas phase into dry foods. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(21), 10211-10215.

Romani, A., Pinelli, P., Cantini, C., Cimato, A., & Heimler, D. (2006). Characterization of Violetto di Toscana, a typical Italian variety of artichoke (*Cynara scolymus* L.). *Food Chemistry*, 95(2), 221-225.

Roussos, P. A., Pazioidimou, C., & Kafkaletou, M. (2011, September). ASSESSMENT OF TWENTY-TWO CITRUS CULTIVARS (ORANGES, MANDARINS AND LEMONS) FOR QUALITY CHARACTERISTICS AND PHYTOCHEMICAL_s CONCENTRATION. In *Balkan Symposium on Fruit Growing 981* (pp. 657-663).

Rutledge P., 1996. Production of non-fermented fruit products. In: Arthey D et Ashurst P R. Fruit Processing. 1ère édition. Springer Science+Business Media, p93.

S

Sadler G. D. et Murphy P. A., 2010. pH and Titratable Acidity. In : Nielsen S S. Food Analysis. Springer Science+Business Media, pp: 219-225.

Schlienger, J. L. (2014). *Nutrition clinique pratique: chez l'adulte et l'enfant*. Elsevier Masson.

Serra Bonvehí, J., Soliva Torrentó, M., & Centelles Lorente, E. (2001). Evaluation of polyphenolic and flavonoid compounds in honeybee-collected pollen produced in Spain. *Journal of agricultural and food chemistry*, 49(4), 1848-1853.

Siles, J. A., Vargas, F., Gutiérrez, M. C., Chica, A. F., & Martín, M. A. (2016). Integral valorisation of waste orange peel using combustion, biomethanisation and co-composting technologies. *Bioresource technology*, 211, 173-182.

Stellman, J. M. (2000). *Encyclopédie de sécurité et de santé au travail* (Vol. 2). International Labour Organization.

Stephanie, T. G., Joel, Y., Alembert, T. T. (2009). Phenolic content and DPPH scavenging activity of *Carpolobia lutea* and *Anchomanes difformis*, enter for research on medicinal plants and traditional medicine

Sun, X., Xu, B., Xue, Y., Li, H., Zhang, H., Zhang, Y., ... & Zhang, X. (2017). Characterization and structure-activity relationship of natural flavonoids as hERG K⁺ channel modulators. *International Immunopharmacology*, 45, 187-193.

Soubeyrand, E. (2013). *Etude de la régulation par l'azote de la biosynthèse des anthocyanes dans les cellules de vigne, par une approche intégrative* (Doctoral dissertation, Bordeaux 2).

T

Tanumihardjo, S. A. (Ed.). (2012). *Carotenoids and human health*. Springer Science & Business Media.

Torres de Pinedo A, Penalver P, Morales JC. Synthesis and evaluation of new phenolic-based antioxidants: structure-activity relationship. *Food Chem.* 2007;103:55–61.

Tounsi, L., Balti, M. A., Khaldi, Y., & Kechou, N. (2015). Etude Expérimentale et Mathématique des Courbes de Séchage Radiatif par Micro-ondes de la Biomasse de Caroube.

Türkmen, İ., & Ekşi, A. (2011). Brix degree and sorbitol/xylitol level of authentic pomegranate (*Punica granatum*) juice. *Food chemistry*, 127(3), 1404-1407.

V

Versari A., Parpinello G. P., Mattioli A. U. et Galassi S., 2008. Characterisation of Italian commercial apricot juices by high-performance liquid chromatography analysis and multivariate analysis. *Food Chemistry*. 108:334–340.

Villa-Rodríguez, J. A., Molina-Corral, F. J., Ayala-Zavala, J. F., Olivas, G. I., & González-Aguilar, G. A. (2011). Effect of maturity stage on the content of fatty acids and antioxidant activity of 'Hass' avocado. *Food Research International*, 44(5), 1231-1237.

Z

Zhao, C. L., Yu, Y. Q., Chen, Z. J., Wen, G. S., Wei, F. G., Zheng, Q., ... & Xiao, X. L. (2017). Stability-increasing effects of anthocyanin glycosyl acylation. *Food chemistry*, 214, 119-128.

annexes

Annexes I : Tableaux

Tableau I : les poudres obtenues à partir des écorces de l'orange sanguine

puissance	couleurs
240 W	 A photograph of a pile of bright yellow powder on a dark surface. A small white card with the handwritten text "240 W" is placed in front of the powder.
400W	 A photograph of a pile of bright yellow powder on a dark surface. A small white card with the handwritten text "400 W" is placed in front of the powder.
640W	 A photograph of a pile of bright yellow powder on a dark surface. A small white card with the handwritten text "640 W" is placed in front of the powder.
800W	 A photograph of a pile of bright yellow powder on a dark surface. A small white card with the handwritten text "800 W" is placed in front of the powder.
Etuve	 A photograph of a pile of bright yellow powder on a dark surface. A small white card with the handwritten text "Etuve" is placed in front of the powder.

Annexes II : Courbes d'étalonnage

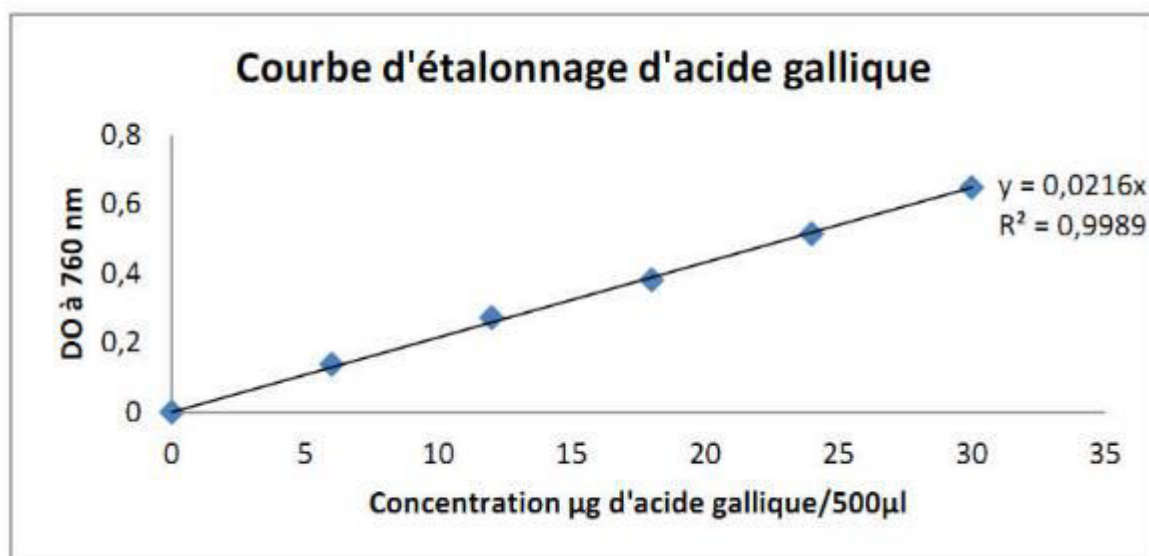


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

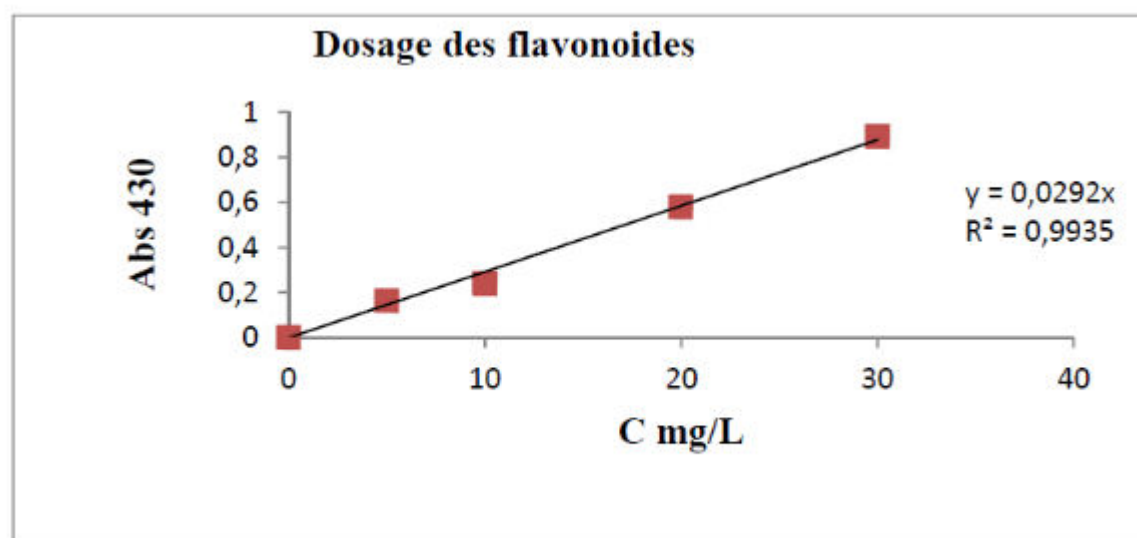


Figure 2 : Courbe d'étalonnage de La rutine

Résumé

Le présent travail consiste d'une part à comparer deux techniques de séchage, conventionnel et innovant, d'autre part à valoriser l'écorces de l'orange sanguine qui peut être considérés comme une source en composés bioactifs. C'est pourquoi les recherches sont avancées sur la valorisation des sous-produits et la découverte de nouvelle sources inépuisables en substances bioactives ainsi les effets des traitements sur leurs teneurs. L'évaluation de la composition en composés phénoliques et l'activité antioxydante de la poudre obtenue, son effet comme antioxydant dans l'huile de maïs et comme colorant dans le jus. A la fin de cette étude on a prouvé que le séchage par micro-onde préserve mieux les polyphénols par rapport à l'étuve et donne une meilleure activité antioxydante, il donne aussi à la poudre une meilleur couleur pour l'utilisé comme un colorant naturelle, cette poudre peut être considéré comme une source importante de la pectine.

Mots clés : sous-produits, orange sanguine, valorisation, séchage, polyphénols, activités antioxydants.

ملخص

يقوم هذا العمل أولاً بالمقارنة بين تقنيات التجفيف، التقليدية والمبتكرة، وثانياً بتعزيز قشرة البرتقال الأحمر الذي يمكن اعتباره كمصدر للمركبات النشطة بيولوجياً. هذا هو السبب في تقدم الأبحاث في مجال تقييم المنتجات الفرعية واكتشاف مصادر جديدة غير منتهية بالإضافة إلى آثار العلاجات على محتوياتها. تقييم المسحوق من خلال كمية المركبات الفينولية وفعالها كمضاد للأكسدة في زيت الدرة و كملون في العصير. وفي نهاية الدراسة ثبت بان أفضل طريقة للتجفيف باستعمال الميكروويف لأنها تحافظ على المركبات الفينولية وتعطي أفضل نشاط مضاد للأكسدة. كما تعطي للمسحوق لون أفضل لاستعمالها كملون غذائي. هذا المسحوق يعتبر مصدر أساسي للبيكتين.

كلمات المفتاح: المنتجات الفرعية, البرتقال الأحمر, تقييم, التجفيف, البولي فينول, مضاد الأكسدة.

Abstract

The present work consists of comparing two conventional and innovative drying techniques, on the one hand, and on the other hand, to evaluate the bark of blood orange which can be considered as a source of bioactive compounds. This is why researches are progressing on the valorization of by-products and the discovery of new inexhaustible sources of bioactive substances and the effects of treatments on their contents. The evaluation of the phenolic compound composition and the antioxidant activity of the powder obtained, their effect as an antioxidant in corn oil and as a coloring agent in the juice. At the end of this study it was proved that microwave drying better preserves the polyphenols compared to the oven and gives better antioxidant activity, it also gives the powder a better color for the use as a natural dye, This powder can be considered an important source of pectin.

Key words: by Product, Blood orange, Valorisation, drying, polyphenols, antioxydant activities.