

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université A.
MIRA-Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires.
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire.



Réf :

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Enrichissement du jus d'orange avec les pépins de
raisin et les écorces d'orange : Impact sur la
conservation.**

Présenté par :

BENARAB Dehbia & IBERRAKEN Leticia

Soutenu le : **24 juin 2023**

Devant le jury composé de :

Mme.ISSAADI Ouarda	MCB	Présidente
Mme. ADRAR née Medouni Sonia	MCA	Promotrice
Mme. AIDLI Amel	MAA	Examinatrice

Année universitaire : 2022 / 2023

Remerciements

Nous remercions tout d'abord, dieu le tout puissant et le miséricordieux de nous avoir accordé la santé et le courage pour accomplir ce modeste travail.

*Nous tenons à remercier, notre promotrice **Mme ADRAR-MEDOUNI SONIA**, d'avoir accepté de nous encadrer et de nous avoir accordé sa confiance pour mener à bien ce travail. On la remercie également pour son sérieux, sa gentillesse, sa bienveillance et le savoir qu'elle nous a procuré.*

Nous adressons aussi nos sincères remerciements aux membres du jury :
*-Mme **ISSAADI Ouarda**, pour l'honneur qu'elle nous a fait d'accepter de présider le jury.*

*-Mme **AIDLI Amel**, d'avoir bien voulu en toute simplicité, nous faire l'honneur d'examiner ce travail.*

*Nous tenons à remercier **Mme DIB SALIMA** ingénieur en laboratoire technologie alimentaire et **Mme NIGROU Lila** ingénieur en laboratoire biochimie alimentaire d'avoir mis à notre disposition tous les moyens nécessaires pour la réalisation de ce travail. Nous les remercions pour leur sérieux et leur disponibilité.*

*On exprime toute notre gratitude aux enseignants du département science alimentaire de l'université **A. MIRA-BEJAIA** pour leur sérieux et abnégation durant tout le cursus.*

Nous remercions tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

C'est avec une immense joie et un grand honneur que je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui m'ont toujours soutenu dans tout ce que j'entreprends, qui ont veillé à ce que je ne manque de rien et qui m'ont accompagné dans chaque étape de ma vie, rien n'aurait été possible sans eux. Je leur en serai éternellement reconnaissante.

A mon seul et unique frère : Yanis

A mes sœurs adorées : Lydia, Kamelia et Imene

Sans eux je ne serai certainement pas la personne que je suis aujourd'hui.

A mes trois petites nièces que j'aime plus que tout : Emilia, Nélia et Annélie.

Ainsi qu'à mes deux beaux-frères et à ma belle-sœur Melissa.

A Amine qui m'a été d'un grand soutien tout au long de ce travail.

A ma copine de toujours et binôme Dehbia sans qui ce travail ne serait pas aussi bien fait.

A toute ma famille élargie grands et petits.

Jicia

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études

A ma chère sœur Leïla pour son encouragement permanent, et son soutien

Moral

A mes chers frères, Sofiane et Mouloud

A ma nièce adorée Ilyana et mon petit neveu Eyden

A mon beau-frère Nadir

A Aziz

Tu as toujours offert soutien et réconfort, j'exprime envers toi une profonde admiration, reconnaissance et attachement inconditionnels.

A ma meilleure copine et binôme Lity Cia avec laquelle j'ai partagé les meilleurs et les pires moments et qui a rendu la réalisation de ce travail tellement agréable

A TOUTE MA FAMILLE

Que Dieu le Tout Puissant vous garde et vous procure santé et bonheur.

Merci d'être toujours là pour moi.

Dehbia

Table des matières

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction	1
I. Généralités sur l'orange	3
I.1. Historique.....	3
I.2. Description botanique	4
I.3. Classification botanique.....	5
I.4. Composition chimique et valeur nutritionnelle de l'orange	6
I.5. Importance économique.....	8
I.5.1. Production mondiale	8
I.5.2. Production nationale	8
II. Généralités sur les sous-produits naturels utilisés	10
II.1. Pépins de raisin	10
II.2. Écorce d'orange	11
III. Principes actifs issus de la valorisation des sous-produits naturels : antioxydants.....	12
III.1. Composés phénoliques	12
III.2. Acide ascorbique ou la vitamine C	12
III.3. Caroténoïdes.....	13
IV. Techniques de conservation des jus de fruits.....	13
I. Matériel végétal	15
I.1. Jus d'orange	15
I.2. Écorces d'orange.....	15
I.3. Pépins de raisin	16
II. Préparation et traitement des échantillons	16
II.1. Préparation des différents échantillons.....	16
II.2. Pasteurisation.....	17
III. Analyses physico-chimiques	20
III.1. Potentiel hydrogène.....	20
III.2. Acidité	20
III.3. Dosage des Antioxydants	20
III.3.1. Composés phénoliques	20
III.3.1.1. Polyphénols totaux	20

III.3.1.2. Dosage des flavonoïdes	21
III.3.2. Dosage de la vitamine C.....	21
IV. Évaluation du pouvoir antioxydant	22
IV.1. Pouvoir réducteur	22
IV.2. Activité anti-radicalaire DPPH°	22
V. Analyse statistique.....	23
I. Paramètres physicochimiques	24
I.1. Acidité.....	24
I.2. pH.....	25
II. Potentiel bioactifs	26
II.1. Polyphénols totaux	26
II.2. Flavonoïdes.....	28
II.3. Vitamine C.....	30
III. Pouvoir antioxydant	32
III.1. Pouvoir réducteur	32
III.2 Activité anti radicalaire	34
Conclusion.....	37

Bibliographie

Annexes

Liste des abréviations

Abs : Absorbance.

AC : Acide citrique

AFNOR: Association Française de Normalisation.

ANOVA : Analyse de la variance (Analysis Of Variance).

EAA: Equivalent d'Acide Ascorbique.

EAG: Equivalent d'Acide Gallique.

EQ: Equivalent de Quercitine.

FAO: Food and Agriculture Organization.

HPP: High pressure processing.

JF: Jus Frais.

JP : Jus Pasteurisé.

JPEEO : Jus Pasteurisé Enrichis avec les Ecorces d'orange.

JPEP : Jus Pasteurisé Enrichis avec les Pépins de raisin.

JPAC : Jus Pasteurisé contenant de l'acide citrique.

MS: Masse Sèche.

USDA: United States Department of Agriculture.

LDL : lipoprotéines de faible densité.

NO : oxyde nitrique.

UV : ultra-violet.

AW : activité de l'eau.

N: Normale H⁺:Ion hydrogène

DCPIP : 2,6-dichlorophénolindophénol.

DPPH : diphényl picryl-hydrazyl.

AH : donneur de l'hydrogène.

Liste figures

Figure 1 : Coupe transversale d'une orange	4
Figure 2 : Les bienfaits des oranges.....	7
Figure 3 : Evolution de la production mondiale de l'orange.....	8
Figure 4 : Evolution de la production nationale de l'orange.....	9
Figure 5 : Les principales wilayas de production d'orange en Algérie.....	9
Figure 6 : Représentation du pépin de raisin et de ses structures cellulaires	10
Figure 7 : Les oranges utilisées.....	15
Figure 8 : Préparation et traitement des écorces d'orange.....	16
Figure 9 : Préparation et traitement des pépins de raisins	16
Figure 10 : Les différentes étapes de la préparation des échantillons.....	19
Figure 11 : Teneurs en composés phénolique totaux des différents échantillons de jus.....	26
Figure 12 : Teneurs en composés phénolique totaux des différents échantillons de jus en fonction des jours.....	27
Figure 13 : Teneurs en flavonoïde des différents échantillons de jus.....	28
Figure 14 : Teneurs en flavonoïde des différents échantillons de jus en fonction des jours....	30
Figure 15 : Teneurs en vitamine C des différents échantillons de jus.....	30
Figure 16 : Teneurs en vitamine C des différents échantillons de jus en fonction des jours....	32
Figure 17 : Pouvoir réducteur des différents échantillons de jus	32
Figure 18 : Pouvoir réducteur des différents échantillons de jus en fonction des jours.....	34
Figure 19 : Activité anti radicalaire des différents échantillons de jus.....	34
Figure 20 : Activité anti radicalaire des différents échantillons de jus en fonction des jours...	36

Liste tableaux

Tableau I : Valeurs nutritives moyennes de 100 g d'orange et 100ml de jus d'Orange.....	7
Tableau II : La composition chimique des pépins de raisin.....	11
Tableau III : Composition chimique globale des écorces d'orange.....	11
Tableau IV : La concentration des différents échantillons en poudre de sous-produits étudiés et en acide citrique.....	17
Tableau V : Résultats d'acidité titrable des échantillons de jus étudiés.....	24
Tableau VI : Résultats de pH des échantillons de jus étudiés.....	25

INTRODUCTION

Introduction

Les jus d'agrumes, en particulier le jus d'orange, sont largement consommés à travers le monde (Cortes *et al.*, 2008). Cependant, le jus frais se détériore rapidement après extraction en raison de l'activité des enzymes endogènes et de la croissance microbienne résultant de la contamination des fruits tout au long de la chaîne de fabrication (Maherani *et al.*, 2019 ; Mahale *et al.*, 2008). Face à cette problématique de conservation, l'utilisation de conservateurs chimiques tels que l'acide citrique et le benzoate de sodium reste courante, mais il existe un intérêt croissant pour la recherche d'alternatives biologiques qui préservent la santé des consommateurs et améliorent les propriétés organoleptiques et nutritionnelles des jus frais (Hassoun *et al.*, 2020). Il est donc important de trouver des méthodes de conservation plus naturelles et respectueuses de la santé, tout en préservant la qualité des jus d'agrumes, notamment du jus d'orange.

Dans cette optique, et en raison de ces préoccupations en matière de sécurité alimentaire, une attention particulière a été accordée au développement et à l'utilisation efficace d'antioxydants d'origine naturelle non toxiques (Masci *et al.*, 2016). Les sous-produits des fruits et légumes, tels que les écorces, la pulpe et les pépins, ont été identifiés comme une source riche en composés biologiquement actifs, tels que les polyphénols, les tocophérols et les huiles essentielles (Rao et Rathod, 2019). Ces sous-produits sont souvent négligés et rejetés dans la nature, bien qu'ils représentent une part importante du fruit, environ 10 à 35% de leur poids brut (Gorinstein *et al.*, 2001 ; Smith *et al.*, 2006). Le traitement de ces déchets offre des avantages potentiels pour le développement durable en plus de leur impact positif sur la nutrition.

L'industrie de la transformation des agrumes génère d'énormes quantités de sous-produits tels que les écorces, la pulpe et les pépins, qui représentent généralement de 45% à 60% du fruit entier et sont souvent rejetés dans la nature (Gorinstein *et al.*, 2001 ; Smith *et al.*, 2006). Des études ont démontré que ces sous-produits naturels sont riches en composés biologiquement actifs, notamment en vitamine C et en composés phénoliques tels que les flavonoïdes (Huang *et al.*, 2010 ; Moulehi *et al.*, 2012). Ces composés jouent un rôle important en raison de leurs activités biologiques diverses, notamment leur activité antioxydante (Hosni *et al.*, 2010).

En raison de ses effets bénéfiques sur la santé humaine, le raisin est un fruit largement distribué et consommé dans le monde entier (Pascoal *et al.*, 2021). Les résidus de raisin

Introduction

produit par an est d'environ de 15,8 millions de tonnes et qui contiennent environ 2,66 millions de tonnes de pépins de raisin (Maier *et al.*, 2009 ; Monrad et coll. 2014). En plus d'être une riche source d'huile grasse de grande valeur, les pépins de raisin sont appréciés pour leur teneur en composés phénoliques tels que l'acide gallique, catéchine et épicatechine, ainsi que diverses procyanidines (Maier et coll. 2009).

Dans cette perspective notre étude vise à explorer les effets de l'enrichissement du jus d'orange avec des sous-produits naturels sur ses propriétés antioxydantes et sa conservation. Les objectifs spécifiques sont les suivants :

(1) Améliorer la valeur nutritionnelle du jus d'orange en rétablissant sa composition en potentiel antioxydant, qui peut être altérée lors de la pasteurisation, un traitement couramment utilisé pour la conservation des aliments.

(2) Evaluer l'impact de l'enrichissement du jus d'orange avec des pépins de raisin et de l'écorce d'orange sur sa durée de conservation, par rapport à l'utilisation d'un conservateur de synthèse tel que l'acide citrique en menant une étude comparative. Cette analyse comparative nous permettra de déterminer l'efficacité de l'enrichissement par les sous-produits naturels sur la durée de conservation du jus d'orange par rapport à l'utilisation d'un conservateur chimique.

Les échantillons étudiés comprennent le jus pasteurisé, les deux jus pasteurisés enrichis et le jus pasteurisé contenant de l'acide citrique. Au cours d'une période de 17 jours, chaque échantillon sera évalué quotidiennement pour suivre les paramètres physico-chimiques (pH et acidité), les teneurs en antioxydants (composés phénoliques totaux, flavonoïdes et acide ascorbique) et les propriétés antioxydantes des échantillons.

Ainsi, cette étude se divise en deux parties : une synthèse bibliographique détaillée sur l'orange, les sous-produits utilisés et les techniques de conservation des jus de fruits, suivie d'une étude expérimentale présentant le matériel et méthodes où les différentes procédures expérimentales sont décrites, et les résultats et les discussions.

En somme, cette recherche contribuera à la recherche de solutions de conservation naturelles et saines pour les jus d'agrumes, en mettant en valeur les sous-produits souvent négligés et en évaluant leur potentiel antioxydant et leurs effets sur la qualité des jus d'orange.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

I. Généralités sur l'orange

I.1. Historique

L'appellation de l'orange dérive de l'arabe (نرنجة **naranjah**). L'oranger (*Citrus sinensis*) est originaire de Chine. Il est cultivé en Asie depuis plus de 4000 ans. Les Arabes l'ont introduit en Perse, en Égypte, en Afrique du Nord, en Espagne et en Sicile d'où il diffusa vers le reste de l'Europe à l'époque des croisades en particulier (XI^e siècle-XIII^e siècle). Dans un second temps, les navigateurs portugais redécouvrent l'orange au XVI^e siècle et la réintroduisent en Europe puis avec les espagnols, en Amérique. Les orangers ont ensuite été introduits en Floride par les Espagnols au XVI^e siècle. En Europe, l'orange resta jusqu'à la première moitié du XX^e siècle, un fruit de luxe. Elle était offerte en cadeau de Noël aux enfants. Elle était également offerte par les hommes aux jeunes filles lorsqu'ils faisaient leur demande en mariage. Sa culture en bac a longtemps été un symbole de pouvoir pour les aristocrates qui lui dédiaient des bâtiments spécialisés : les orangeries (Ait Amer Meziane, 2015).

En Algérie, la culture de l'oranger remonte au début de notre ère. Avant la colonisation française, on retrouvait l'oranger dans les vergers des riches familles et certaines rues de villes, comme Blida, étaient bordées d'orangers. Dans cette région de la Mitidja, on comptait près de 170 hectares d'orangeries. Avec l'occupation française, et en vue de fournir les marchés européens, les colons couvrirent de plantations des milliers d'hectares dans la Mitidja d'abord puis dans les vallées abritées et dans les plaines de la dépression sublittorale, où le sol est humide, ou qui présente des possibilités d'irrigation : les plaines d'Oran, du Sig et de l'Habra, la vallée de la Mina, la plaine du Chélif et les plaines d'Annaba et de Skikda. C'est en 1850 que les premières expéditions d'oranges d'Algérie furent envoyées en France. Les oranges algériennes, dont les variétés sont nombreuses, étaient souvent classées parmi les qualités de luxe, et celles de Blida et de Bejaia faisaient primes sur le marché londonien. En 1948, l'Algérie possédait 25.000 hectares de plantations d'agrumes (Ait Amer Meziane, 2015).

I.2. Description botanique

L'orange est un agrume appartenant au genre *Citrus*, et elle est souvent désignée comme un hespéridium. Contrairement à d'autres fruits tels que la tomate ou le raisin, l'hespéridium se distingue par sa peau externe dure et solide, qui protège la partie comestible du fruit (Davies, 1994).

Les oranges, en tant que fruit principal du genre *Citrus*, présentent une grande variabilité en termes de couleur, de forme, de composition du jus et de stade de maturation. Leur anatomie peut être décrite comme suit (figure 1):

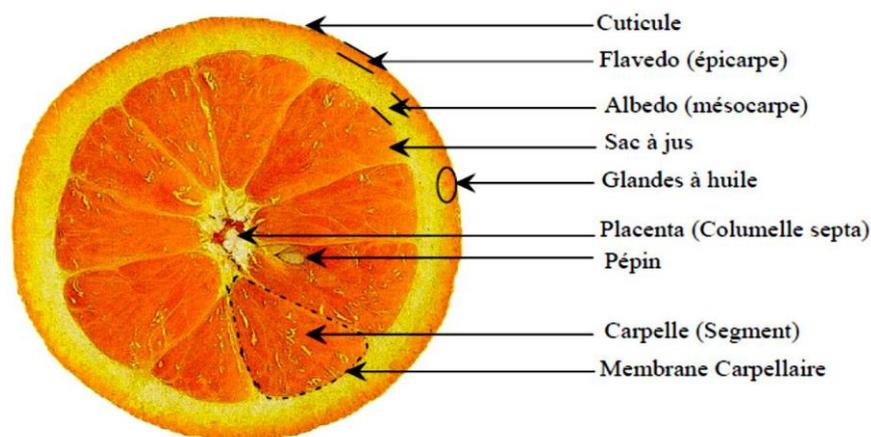


Figure 1: Coupe transversale d'une orange (Guimaraes *et al.*, 2010).

Les agrumes, en particulier les oranges, sont des fruits charnus de type baie avec un péricarpe composé de trois parties bien différenciées (M'hiri, 2015), qui sont : l'exocarpe appelé flavédo, le mésocarpe appelé albédo, constitue l'écorce ou fruit, et enfin l'endocarpe (pulpe).

I.2.1. Ecorce ou péricarpe

L'écorce d'orange est composée de deux tissus différents : l'exocarpe et le mésocarpe.

a) Exocarpe ou Flavedo

L'exocarpe est la surface périphérique du fruit, comprend 8 à 10 % du fruit. Il contient de nombreuses glandes (glandes schizolysigènes) qui sécrètent l'essence, qui se répartissent de manière irrégulière et dégagent une odeur particuliers des oranges, rappelant le mot "flaveur" (M'hiri, 2015). Le flavedo peut être de couleur verte ou orange, selon sa composition en pigments flavonoïdes et caroténoïdes (Dugrand-judek, 2015).

Partie bibliographique

b) Mésocarpe ou Albédo

Le mésocarpe est une couche interne blanche à structure spongieuse, représentant 12 à 30% du fruit. Elle est étroitement associée à l'exocarpe à l'extérieur et à la membrane segmentaire à l'intérieur (M'hiri, 2015).

I.2.2. Endocarpe ou Pulpe

C'est la partie comestible du fruit et se compose d'environ 8 à 16 segments entourés d'une fine membrane appelée Septa (Dugrand-judek, 2015). Il est tapissé de nombreuses loges capillaires (carpelles) qui contiennent des poils à jus et des pépins.

I.2.3. Pépins

Ils représentent 0 à 4% du fruit ; ils proviennent comme toutes les graines de la fécondation ou fusion de deux cellules sexuelles (ou gamètes), leur nombre diffère d'une variété à une autre et d'un fruit à un autre. L'intérêt des pépins réside essentiellement dans leur teneur en huile d'une grande valeur commerciale, cette huile représente plus de 20% du poids frais des pépins (Sine, 2008).

I.3. Classification botanique

L'orange appartient au genre *Citrus* de la famille des Rutaceae. Ce genre englobe deux espèces d'orange. La première espèce, *Citrus sinensis* L., correspond aux oranges douces, tandis que la deuxième espèce, *Citrus aurantium* L., correspond aux oranges amères (Kimball, 1999). Les oranges douces sont les plus largement consommées (Davies, 1994).

Les oranges sont utilisées à la fois comme fruits frais et pour la production de jus. Parmi cette espèce, on distingue couramment trois principales variétés : les oranges navels, les oranges blondes et les oranges sanguines. Chacune de ces variétés présente des caractéristiques spécifiques en termes de goût, de couleur et de jutosité.

Partie bibliographique

D'après Kimball (1999) et Guingnard (2001), la position systématique occupée par les oranges est la suivante :

Ordre : Géraniales

Sous ordre : Géraniineae

Classe : Dicotyledoneae

Sous classe : Archichalmydeae

Division : Embryophyta

Sous division : Angiospermes

Famille : Rutaceae

Sous famille : Aurantiodeae

Tribu : Citreae

Sous tribu : Citrinae

Genre : Citrus, Fortunella et Poncirus.

Le genre Citrus inclue la plupart des agrumes ; il renferme plusieurs espèces, et ces dernières renferment un grand nombre de variétés qui se distinguent par la forme du fruit, la couleur de la pulpe, la période de maturité, et les caractéristiques organoleptiques des fruits (Ollitrault *et al.*, 2000).

I.4. Composition chimique et valeur nutritionnelle de l'orange

L'orange est un fruit particulièrement juteux, plus de 85% d'eau. C'est dans cette eau de constitution que se trouvent sous forme dissoute les principaux éléments nutritifs (Amrouche, 2019).

Environ 76% de la matière sèche hydrosoluble est principalement composée de glucides et 21% d'acides organiques, d'acides aminés, de sels minéraux, de vitamines et de lipides. Les 3% restants sont constitués d'un grand nombre de composés divers tels que les flavonoïdes, les composés volatils et les caroténoïdes, qui ont un impact significatif sur les propriétés organoleptiques de ce produit (Bourokaa, 2012).

L'orange est riche en vitamine C, acide folique et en flavonoïdes, qui confèrent aux oranges leurs propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires, censées protéger contre les maladies cardiovasculaires, la résistance à l'insuline associée au diabète et au syndrome métabolique (Ye, 2017).

Les oranges fournissent des quantités modérées d'énergie, de glucides, de fibres alimentaires, contiennent peu ou pas de protéines ou de lipides, sont riches en vitamine C, constitue une source de calcium, de cuivre et de vitamines (B1, B5, B9) ainsi qu'une source

Partie bibliographique

d'antioxydants. Selon certaines études, ces composants auraient des propriétés inhibitrices sur la croissance des cellules cancéreuses et la baisse de la pression artérielle et des taux de triglycérides sanguins. La vitamine C à elle seule contribue à l'essentiel de l'activité antioxydante de ce fruit (tableau I). La teneur en divers caroténoïdes, bêta-carotène, lutéine est intéressante. Il a été démontré que ces substances ont une activité antioxydante (Zaidi *et al.*, 2012).

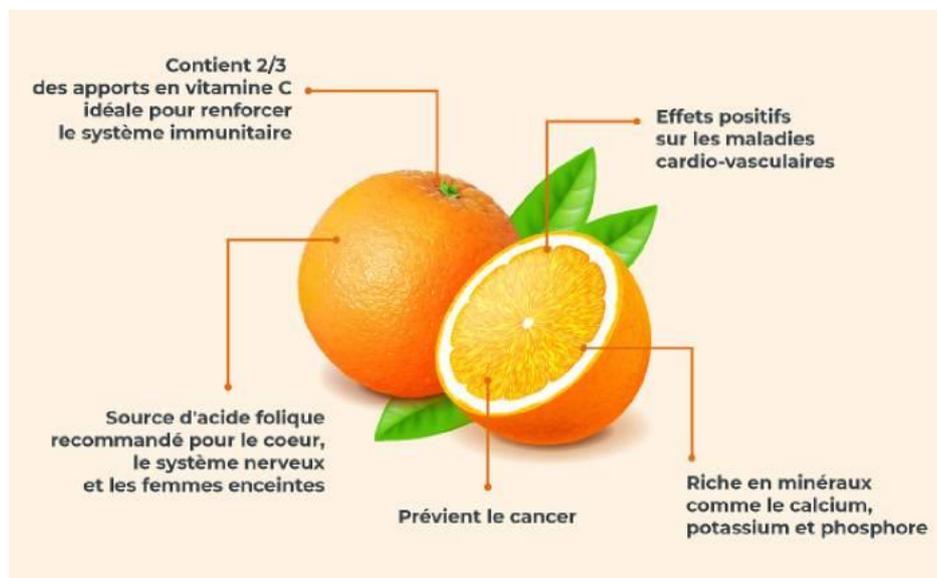


Figure 2 : les bienfaits des oranges.

Tableau I : Valeurs nutritives moyennes de 100 g d'orange et 100ml de jus d'Orange (USDA, 2019).

Nutriments	Orange	Jus d'orange
Calories	47 Kcal	45 Kcal
Protéines	0,94 g	0,7 g
Glucides	11,8 g	8,4 g
Lipides	0,12 g	0,2 g
Eau	86,8 g	88,3 g
Fibres	2,4 g	0,2 g
Vitamine C	53.2 mg	50 mg
Potassium	181 mg	200 mg
Magnésium	10 mg	11 mg
Calcium	40 mg	11 mg
Bêta-carotène	71 µg	33 µg
Fer	0,1 mg	0,2 mg

I.5. Importance économique

I.5.1. Production mondiale

La figure 3 présente les tendances de la production mondiale d'oranges de 2010 à 2021. Les données indiquent une fluctuation de la production au cours de cette période. En 2011, la production mondiale d'oranges était de 72 millions de tonnes, puis elle a légèrement diminué en 2012 pour atteindre 70 millions de tonnes. Cependant, cette baisse n'a pas perduré, car la production a connu une croissance continue à partir de 2013. En 2021, la production mondiale d'oranges a atteint un niveau record de 75 millions de tonnes. Ces chiffres témoignent de l'importance de l'industrie de l'orange à l'échelle mondiale et de sa capacité à répondre à la demande croissante de ce fruit populaire (FAO, 2023).

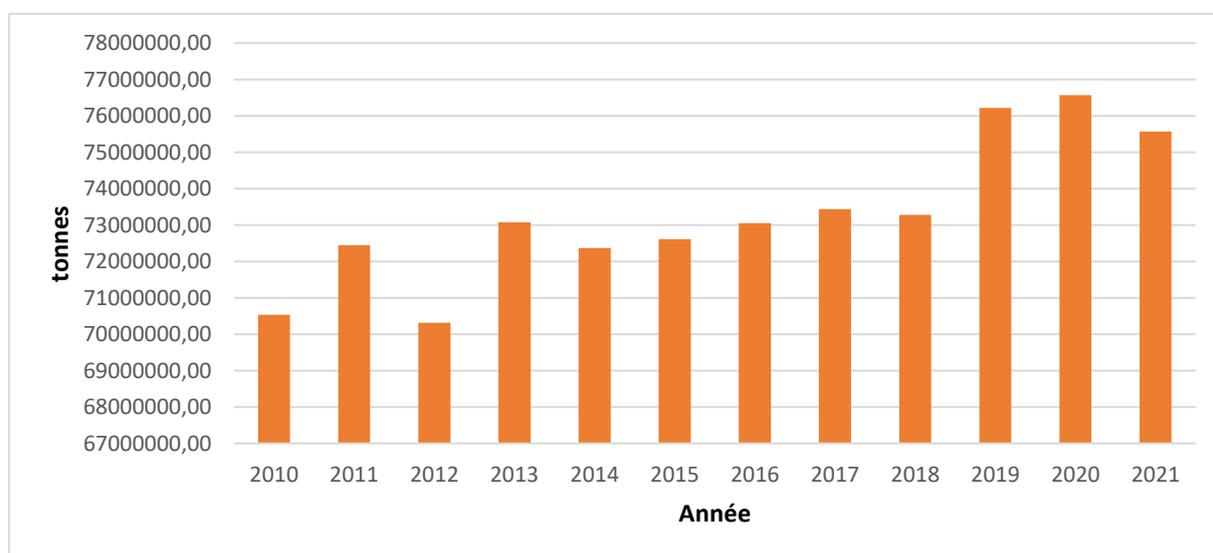


Figure 3 : Evolution de la production mondiale de l'orange (2010-2021) (FAO, 2023).

I.5.2. Production nationale

La Figure 4 met en évidence l'évolution de la production nationale d'oranges de 2010 à 2021. Les données révèlent une tendance fluctuante au cours de cette période. En 2010, la production nationale d'oranges était relativement basse, atteignant seulement 58 000 tonnes. Cependant, à partir de 2011 jusqu'en 2015, une augmentation progressive de la production a été observée. En 2016, une légère diminution a été enregistrée, mais la tendance s'est inversée en 2017 avec une reprise de la croissance. Finalement, en 2021, la production nationale d'oranges a atteint un niveau significatif de 1 million de tonnes (FAO, 2023). Ces résultats démontrent l'évolution dynamique de la production d'oranges au niveau national, avec des fluctuations

Partie bibliographique

interannuelles qui peuvent être influencées par des facteurs tels que les conditions météorologiques, les pratiques agricoles et la demande du marché.

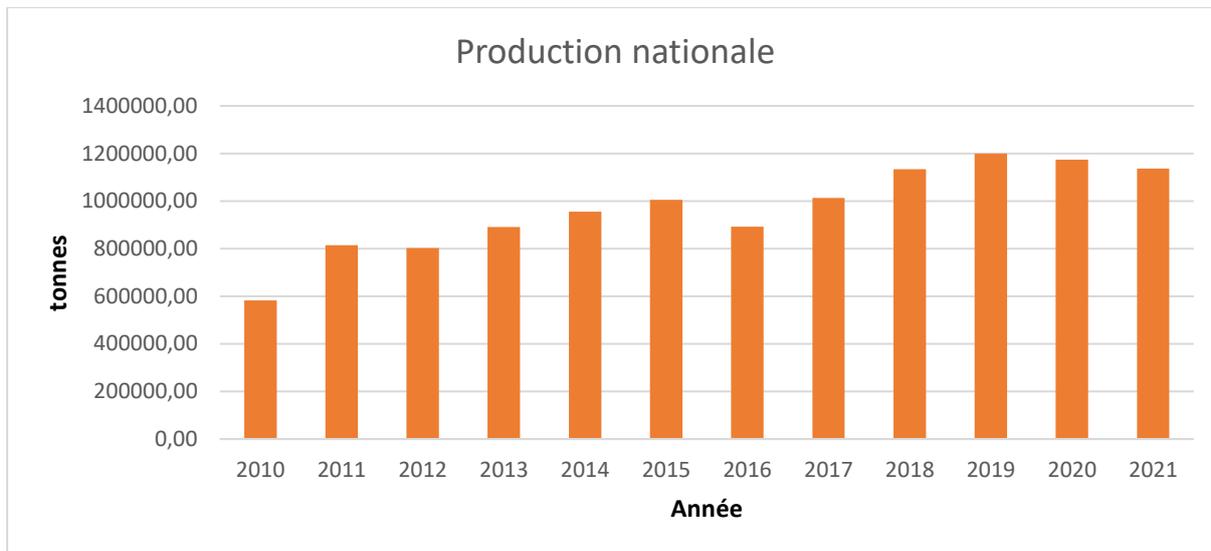


Figure 4 : Evolution de la production nationale de l'orange (FAO, 2023)

Blida se positionne en tête des principales wilayas agrumicoles en Algérie, avec une production de 4,1 millions de quintaux, suivie de Mestghanem avec 1,2 million de quintaux. Ensuite, Tipaza enregistre une production de 1,1 million de quintaux. Il convient de noter que Chlef est également reconnue comme l'une des cinq wilayas les plus importantes dans le domaine de la production d'agrumes. Ces chiffres illustrent l'importance de ces régions en termes de contribution à la production agrumicole nationale (Ouissam, 2014).

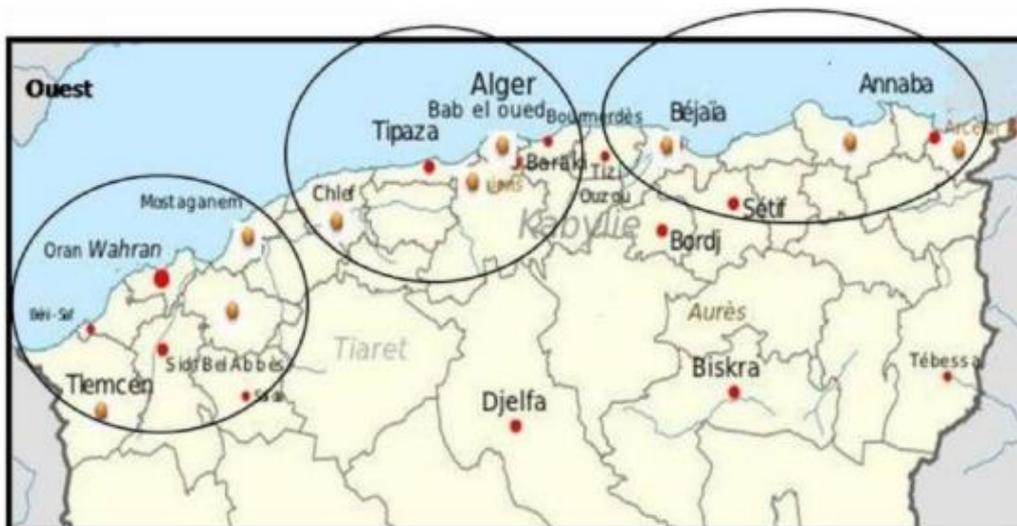


Figure 5: Les principales wilayas de production d'orange en Algérie (Ouissam, 2014).

II. Généralités sur les sous-produits naturels utilisés

II.1. Pépins de raisin

Les pépins de raisin contiennent des molécules appelées proanthocyanidines, puissant antioxydant appartenant à la famille des Flavonoïdes. Ils agissent comme capteurs de radicaux libres (molécule très instables) et protègent les cellules de l'organisme. Les pépins de raisin font partie des graines albuminés. Chaque point est composé d'un embryon entouré d'un albumen. Les trois parties de tégument (intérieure, milieu et extérieur) constituent la coque ligneuse de la graine, entourant l'albumen. Enfin la fine cuticule constitue la dernière couche de cellules de la graine. La couleur des pépins passent du vert au brun au cours du développement (Cadot *et al.*, 2006).

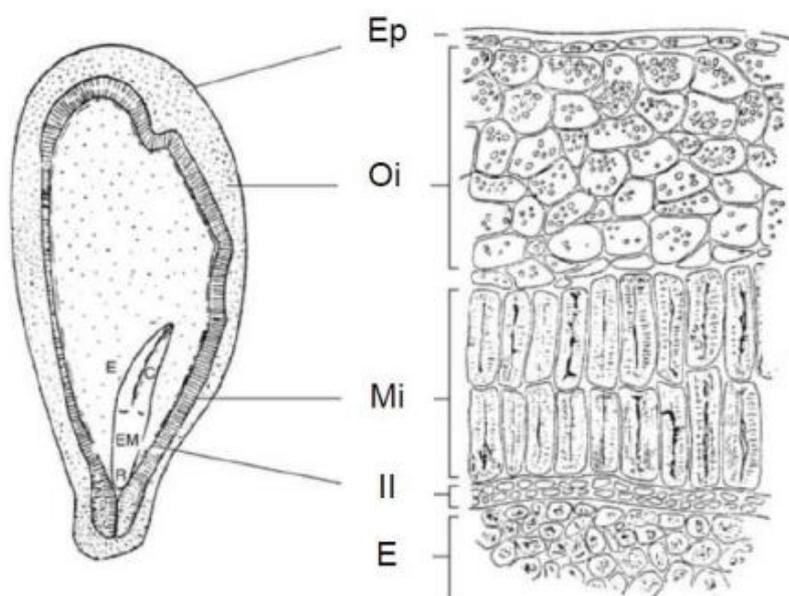


Figure 6: Représentation du pépin de raisin et de ses structures cellulaires (Rombaut, 2013).

C : cotylédons, *E* : endosperme (albumen), *EM* : embryon, *Ep* : épiderme, *II* : tégument Inférieur, *MI* : tégument intermédiaire, *OI* : tégument supérieur, *R* : radicule

Les proanthocyanidines présentent une forte activité antioxydante et éliminent les espèces réactives de l'oxygène et de l'azote. De plus ils inhibent également la progression de l'athérosclérose et empêchent l'augmentation de la concentration en cholestérol des lipoprotéines de basse densité (LDL) (Feel Ma et Zhang, 2017).

En addition à sa composition chimique riche illustrée dans le tableau II, le pépin de raisin contient une quantité élevée d'huile essentielle de très grande qualité, connue pour ses vertus alimentaires et ses propriétés diététiques, cosmétologiques et antioxydantes qui vont lui permettre de lutter contre les radicaux libres (Demelin, 2012).

Partie bibliographique

Tableau II : La composition chimique des pépins de raisin (Cabanis *et al.*, 1998 ; Rombaut, 2013).

Nutriments	Pourcentage
Lipides	8 – 13%
Poly phénols	4 – 10%
Composés azotés	4 - 6.5%
Minéraux	2 – 4%
Eau	25 – 45%
Composés glucidiques	34 – 36%

II.2. Écorce d'orange

L'écorce est constituée de deux parties :

- Le flavédo ou épicarpe est la partie externe d'une couleur orange, elle contient les glandes à huiles essentielles.
- Albédo ou mésocarpe est la partie intérieure blanche riche en pectine (Ladaniya, 2008).

Les citrus contiennent des quantités élevées de composés (tableau III) qui ont des effets bénéfiques pour la santé, y compris les polyphénols, l'acide ascorbique, les caroténoïdes et les tocophérols (Ercan *et al.*, 2011), utilisés à des fins thérapeutiques ou dans les domaines cosmétiques ou alimentaires (Kahkonen *et al.*, 1999 ; Shahaib *et al.*, 2011).

Tableau III: Composition chimique globale des écorces d'orange (g/100g MS) (M'hiri, 2015)

Composition chimique	Concentrations
Eau	60-75 %
Lipides	1,66
Protéines	1.79
Glucides	15.01
Minéraux	3.45
Fibres	41.64
Caroténoïdes	0.04
Phénols totaux	19.62
Vitamines C	1,15
Huiles essentielles	0.6

III. Principes actifs issus de la valorisation des sous-produits naturels : antioxydants

La valorisation des sous-produits naturels permet de récupérer et d'utiliser les principes actifs présents dans ces matériaux. Les principes actifs couramment identifiés dans les sous-produits naturels sont les antioxydants, les fibres alimentaires, vitamines et minéraux et les huiles essentielles (Ziyao *et al.*, 2023).

Les antioxydants sont des composés présents dans les fruits et légumes, tels que les vitamines A, E et C, les caroténoïdes et les composés phénoliques. Ces substances sont responsables de la coloration orangée des fruits et légumes et jouent un rôle important dans la protection contre les radicaux libres. Les radicaux libres sont des molécules instables produites dans notre corps lors du métabolisme, ainsi que par des facteurs externes tels que la pollution et le stress. Une production excessive de radicaux libres peut entraîner des dommages cellulaires et contribuer au vieillissement et au développement de certaines maladies. Les antioxydants agissent en neutralisant les radicaux libres, réduisant ainsi les effets néfastes sur notre santé (Robert, 2014).

III.1. Composés phénoliques

Les composés phénoliques sont une classe de composés chimiques présents dans de nombreux aliments d'origine végétale. Les sous-produits des fruits et légumes, sont des sources importantes de polyphénols, dont il existe plus de 4000 molécules différentes. Ils sont connus pour leurs propriétés antioxydantes, ce qui signifie qu'ils peuvent neutraliser les radicaux libres dans le corps et réduire les dommages oxydatifs.

Les composés phénoliques comprennent diverses sous-classes telles que les flavonoïdes, les acides phénoliques et les tanins. Les plus connus sont la quercétine 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). Ils ont été étudiés pour leurs effets bénéfiques sur la santé, notamment en tant qu'agents anti-inflammatoires, antioxydants, anticancéreux et cardioprotecteurs.

III.2. Acide ascorbique ou la vitamine C

L'acide ascorbique est une forme réduite de vitamine C (Sekli-Belaidi, 2011). L'acide ascorbique possède d'importantes propriétés anti oxydantes et métaboliques chez les plantes et les animaux. C'est un excellent piègeur de radicaux libres et il peut protéger divers substrats biologiques (protéines, acides gras, ADN) de l'oxydation en neutralisant les espèces réactives de l'oxygène (Jacob *et al.*, 2000).

III.3. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments naturels présents dans de nombreux fruits et légumes. Ils sont responsables de la couleur jaune, orange et rouge caractéristique de certains aliments. Les caroténoïdes ont des propriétés antioxydantes et jouent un rôle important dans la protection des cellules contre les dommages causés par les radicaux libres. Les caroténoïdes peuvent également avoir des effets bénéfiques sur la santé, notamment en réduisant le risque de certaines maladies chroniques, comme les maladies cardiovasculaires et certains types de cancer (Rao et Rao, 2007 ; Amengual, 2019)

IV. Techniques de conservation des jus de fruits

Les techniques de conservation des aliments sont utilisées pour contrôler la détérioration de la qualité des aliments. Cette détérioration peut être causée par des micro-organismes et/ou diverses réactions physico-chimiques qui se produisent après la récolte ou l'abattage. Cependant, la principale préoccupation de tout processus de conservation est de minimiser le risque d'émergence ou de développement de micro-organismes qui causent la détérioration des aliments, ou intoxication alimentaire (Leitsner et Gould, 2002). Selon la cible recherchée, il existe différentes méthodes de conservation : par traitement thermique, à froid et additifs alimentaires.

Les jus de fruits peuvent être conservés de différentes manières pour préserver leur qualité et prolonger leur durée de conservation. Voici quelques techniques de conservation couramment utilisées pour les jus de fruits :

❖ **Pasteurisation** : La pasteurisation est une technique de conservation thermique qui consiste à chauffer le jus à une température élevée pendant une période spécifique, puis à le refroidir rapidement. Cela permet de détruire les microorganismes présents dans le jus et d'inactiver les enzymes qui pourraient altérer sa qualité. Ce traitement conventionnel entraîne des effets indésirables sur les produits finis, tels que des altérations de la couleur, des dommages à la saveur, des pertes de vitamines et de nutriments (Vikram *et al.*, 2005).

❖ **Stérilisation** : La stérilisation est une méthode de conservation plus intense qui implique une exposition prolongée à une température élevée. Il s'agit d'un traitement thermique à une température supérieure à 100°C afin de détruire toute forme de germes et ainsi assurer la stabilité des aliments à température ambiante. (Dgccrf, juillet 2020). Elle élimine pratiquement tous les microorganismes présents dans le jus, ce qui prolonge considérablement sa durée de conservation.

Partie bibliographique

❖ **Traitement par haute pression** : La technologie de traitement par haute pression (HPP) expose le jus à des pressions élevées, ce qui aide à éliminer les microorganismes tout en préservant la saveur et la valeur nutritionnelle du jus. C'est une méthode non thermique qui permet de conserver les propriétés organoleptiques du jus. C'est une méthode non thermique et son principal intérêt est l'absence d'impact sur les caractéristiques organoleptiques et nutritionnelles d'une très large gamme de produits (kahn *et al.*, 1999).

❖ **Congélation** : La congélation consiste à abaisser la température du produit afin qu'une grande partie de son eau soit convertie en glace et cet état soit maintenu pendant le stockage. (Bourgeois, 1996). La congélation est une méthode courante pour la conservation des jus de fruits. Elle implique de réduire la température du jus à des niveaux très bas, ce qui ralentit la croissance des microorganismes et préserve la qualité du jus. Cependant, la congélation peut affecter légèrement la texture et la saveur du jus.

❖ **Déshydratation** : La déshydratation est une technique de conservation qui consiste à éliminer l'eau présente dans le jus, ce qui inhibe la croissance des microorganismes. Le jus déshydraté peut être transformé en poudre ou en concentré, ce qui facilite son stockage et son transport.

La norme générale codex (Codex Stan, 2005). Définit le jus de fruits déshydraté « Comme le produit obtenu à partir de jus de fruits d'une ou plusieurs espèces par l'élimination physique de la quasi-totalité de l'eau de constitution ».

Il est important de choisir la méthode de conservation appropriée en fonction des caractéristiques du jus, de ses exigences en termes de goût et de texture, ainsi que des préférences du consommateur. Chaque technique de conservation présente des avantages et des inconvénients, et il est essentiel de maintenir des conditions d'hygiène rigoureuses tout au long du processus de conservation pour assurer la sécurité sanitaire.

MATERIELS & METHODES

Matériels et méthodes

L'objectif de ce travail vise à évaluer l'activité antioxydante et la teneur en substances bioactives, à savoir les composés phénoliques totaux, les flavonoïdes et l'acide ascorbique, dans différents échantillons de jus d'orange : jus frais, jus pasteurisé, jus pasteurisés enrichis et jus pasteurisés contenant de l'acide citrique. L'enrichissement sera réalisé à l'aide de deux matrices différentes : les pépins de raisin et les écorces d'orange. De plus, nous comparerons ces différents types de jus pour évaluer leurs propriétés physico-chimiques et leur impact sur la durée de conservation.

I. Matériel végétal

I.1. Jus d'orange

Au cours de cette étude, la variété locale d'orange utilisée, appelée "Tardive" (*Citrus sinensis*), a été récoltée dans la région d'El-kseur à la fin du mois d'avril. Les oranges ont été stockées à une température de 4°C pendant 3 jours. Les oranges sélectionnées étaient mûres et ne présentaient aucun signe de blessure.

Pour obtenir le jus, les oranges ont été soigneusement lavées à l'eau du robinet, puis coupées en deux. Ensuite, elles ont été pressées à l'aide d'un presse-agrume manuel afin d'extraire le jus.



Figure 7 : Les oranges utilisées

I.2. Écorces d'orange

Les oranges de la même variété ont été bien lavées avec de l'eau de robinet, puis épluchées. Les écorces ont été découpées en petits morceaux qui sont ensuite séchées à l'ombre et à température ambiante pendant à peu près 10 jours. Ensuite, les écorces ont été broyées à l'aide d'un moulin à café (figure 8). La poudre obtenue a été ensuite conditionnée dans des bocaux et stockée à 4°C.

Matériels et méthodes



Figure 8 : Préparation et traitement des écorces d'orange.

I.3. Pépins de raisin

Des raisins de la variété « Red globe » ont été procurés du marché. Les baies de raisin ont été lavées et coupées en deux pour récupérer les pépins. Ces derniers ont été séchés à l'ombre et à température ambiante. Ensuite, les pépins ont été broyés à l'aide d'un moulin à café (figure 9). La poudre obtenue a été ensuite conditionnée dans des bocaux et stockée à 4°C.

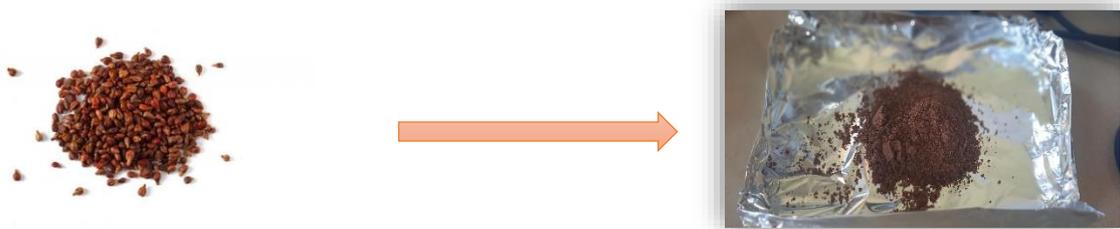


Figure 9 : Préparation et traitement des pépins de raisin.

II. Préparation et traitement des échantillons

II.1. Préparation des différents échantillons

Le jus d'orange obtenu est réparti en 5 volumes équivalents, soit 500 ml par échantillon. Chaque échantillon est traité selon les conditions suivantes :

- 1. Jus frais (JF) :** il s'agit du jus d'orange obtenu immédiatement après l'extraction, sans aucun traitement supplémentaire.
- 2. Jus pasteurisé (JP) :** Un échantillon a subi à un traitement de pasteurisation pour assurer sa conservation.
- 3. Jus pasteurisé enrichi avec écorces d'orange (JPEEO) :** Le deuxième échantillon est enrichi en ajoutant des écorces d'orange à la préparation avant le processus de pasteurisation.
- 4. Jus pasteurisé enrichi avec pépins (JEPPR) :** Le troisième échantillon est enrichi en ajoutant des pépins de raisin à la préparation avant le processus de pasteurisation.

Matériels et méthodes

5. Jus pasteurisé contenant un conservateur de synthèse "acide citrique" (JPAC) : Le quatrième échantillon contient un conservateur de synthèse, l'acide citrique, qui est ajouté avant le processus de pasteurisation. Pour faire une étude comparative avec les sous-produits naturels.

Le tableau IV présente les différentes concentrations des échantillons, en matrices végétales étudiées (proportions matrice végétale/ jus et conservateur/ jus), Ces concentrations ont été déterminées en se basant sur des travaux antérieurs (2019, 2021, 2022). L'optimisation a été réalisée à partir d'une évaluation sensorielle visant à choisir la quantité maximale de matrice végétale qui ne dépasse pas le seuil d'amertume ou d'astringence.

Tableau IV : La concentration des différents échantillons en poudre de sous-produits étudiés et en acide citrique (conservateur de synthèse)

Échantillons	Concentration (g/ml)	Références
JPEEO (écorce d'orange/ Jus)	8g/L	(Mémoires de fin de cycle, 2022 ; 2021 ; 2019)
JPEPR (pépins de raisin/ Jus)	12.5g/L	
JPAC (Acide citrique/Jus)	0,4g/L	(JORA, 2012)

Après la préparation des différents mélanges, les échantillons ont subi une macération pendant 30 minutes à température ambiante et à l'abri de la lumière, conformément au protocole de Medouni-Adrar *et al.*, (2015). Par la suite, les échantillons JPEEO et JPEPR ont été filtrés à l'aide de papier filtre Whatman afin d'éliminer les résidus de sous-produits naturels utilisés.

Avant de procéder à l'étape de pasteurisation, les échantillons ont été répartis dans 17 flacons de 30 ml pour chaque échantillon, conformément au schéma présenté sur la figure 10.

II.2. Pasteurisation

Les différents jus d'orange préparés, qu'ils soient enrichis ou non, ont été soumis à une pasteurisation dans le but de déterminer, d'une part, l'effet de la température sur les composés bioactifs présents dans les jus étudiés, et d'autre part, d'assurer une meilleure conservation.

Matériels et méthodes

La pasteurisation a été réalisée en utilisant un bain-marie maintenu à une température de $63 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant une durée de 20 minutes. Après la pasteurisation, les échantillons ont été refroidis à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Cette procédure de pasteurisation permet de traiter les jus d'orange afin de réduire la charge microbienne, d'inactiver les enzymes et d'assurer une meilleure stabilité microbiologique et physico-chimique et inactiver les micro-organismes afin de prolonger la durée de conservation des échantillons. (Chen et Wu, 1998).

Les échantillons ainsi préparés, Jus frais (JF), Jus pasteurisé (JP), Jus enrichi avec écorces (JPEEO), Jus enrichi avec pépins (JPEPR) et Jus contenant un conservateur de synthèse (acide citrique) (JAC), ont été soumis à des analyses physico-chimiques, afin d'évaluer leurs propriétés et caractéristiques spécifiques.

Les flacons ont ensuite été placés dans une étuve réglée à 30°C afin d'accélérer le processus probable de dégradation pouvant survenir lors du stockage.

Dans le but de suivre l'évolution des différents paramètres physico-chimiques à savoir le pH, l'acidité, le dosage des antioxydants et l'évaluation de l'activité antioxydante, des mesures ont été effectuées quotidiennement (J0, J1, ... J17). Cela permettra d'observer les variations de ces paramètres au fil du temps et d'évaluer la stabilité et la conservation des échantillons sur une période de 17 jours. Ainsi, ces différentes variations permettront d'évaluer les effets de l'enrichissement avec des écorces d'orange, des pépins et l'utilisation d'un conservateur de synthèse sur les propriétés étudiées.

Matériels et méthodes

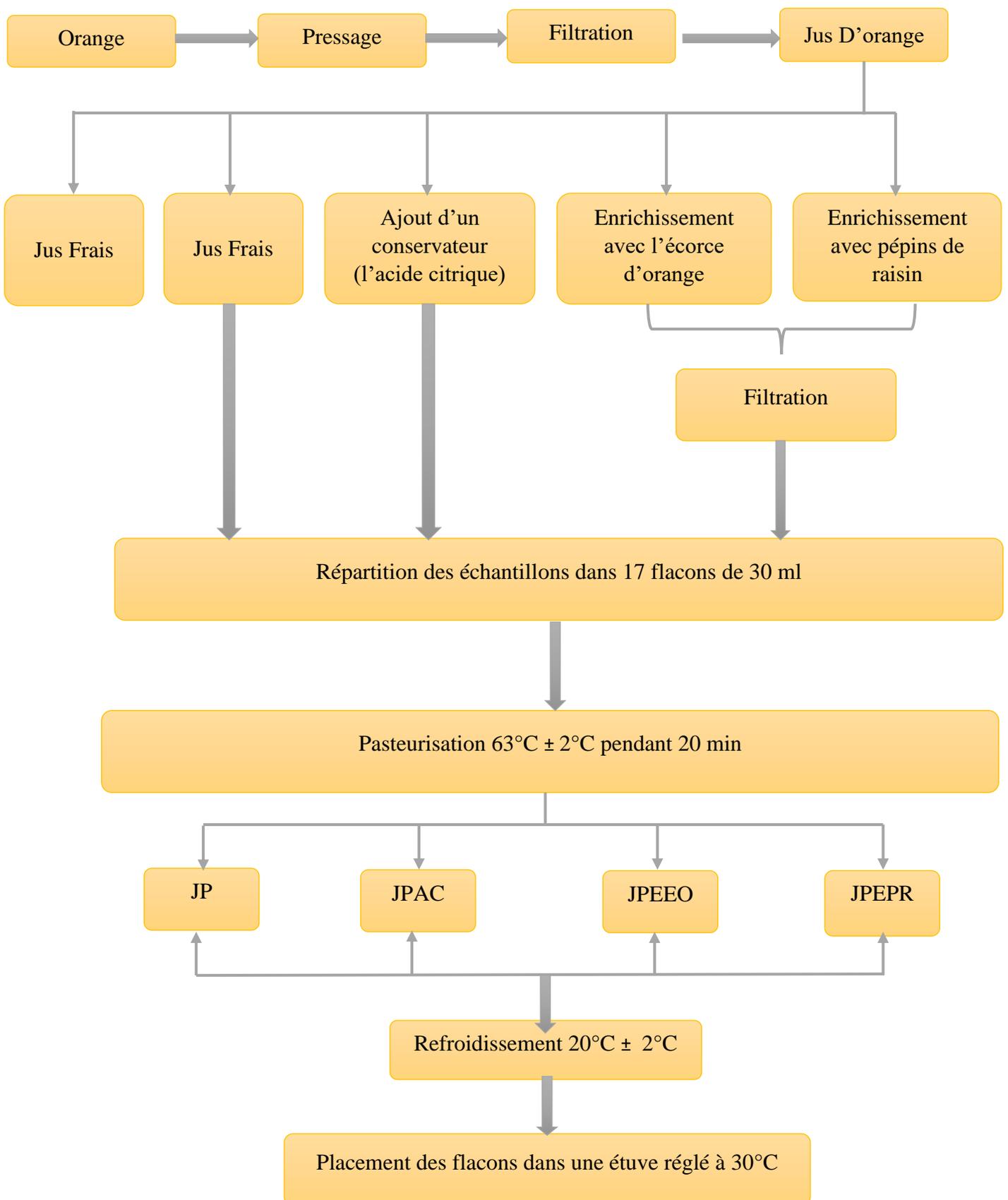


Figure 10 : Les différentes étapes de la préparation des échantillons.

III. Analyses physico-chimiques

III.1. Potentiel hydrogène

Le pH est une mesure quantitative de l'acidité ou de basicité d'une solution, c'est un paramètre qui permet de mesurer la concentration en ions H⁺ contenu dans une solution. Il s'agit d'une grandeur sans unité (Cachau-Herreillat, 2009). Le pH des jus a été mesuré à l'aide d'un pH mètre.

III.2. Acidité

L'acidité titrable est déterminée suivant la méthode décrite par (AFNOR, 1974), le jus est neutralisé par la solution d'hydroxyde de sodium (0,1N), en présence de quelques gouttes de phénolphthaléine, jusqu'au virage de la couleur au rose.

L'acidité des échantillons a été déterminée en appliquant la formule suivante :

$$\text{Acidité (g/L)} = \frac{\text{nb} \times \text{M} \times \text{Vb}}{\text{Va} \times \text{p}}$$

Où

nb : Normalité de la solution d'hydroxyde de sodium (0,1 N).

M : Masse moléculaire de l'acide citrique (192,13g).

V_b : Volume de la solution d'hydroxyde de sodium (ml).

V_a : Volume de jus (ml).

P : Nombre de protons portés par l'acide citrique (3).

III.3. Dosage des Antioxydants

III.3.1. Composés phénoliques

III.3.1.1. Polyphénols totaux

La teneur en composés phénoliques totaux des extraits a été déterminée par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce réactif est constitué d'un mélange d'acide phospho tungstique qui est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (Ribéreau-Gayon, 1968).

La coloration produite, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits (Ribéreau-Gayon, 1968). La teneur en composés phénoliques a été déterminée selon la méthode décrite par Velioglu *et al.*, (1998), 200 µl de l'échantillon (jus) sont mélangés avec 1500 µl du réactif de Folin– Ciocalteu (dilué au 1/10). Après 3 min, 1500 µl de

Matériels et méthodes

carbonate de sodium (6%) sont additionnés. L'absorbance est mesurée à 760 nm, après 30 min d'incubation. La teneur en composés phénoliques est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par 100 ml de jus (-) par référence à une courbe d'étalonnage (annexe1).

III.3.1.2. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes a été déterminée par la méthode colorimétrique de Lamaison et Carnat (1991) rapportée par Bahorun *et al.*, (1996). Cette méthode est basée sur la formation de complexes jaunâtres suite à la chélation de métaux Al^{3+} , utilisés sous forme de chlorure d'aluminium ($AlCl_3$), par les groupements OH. La coloration ainsi formée est proportionnelle au taux de flavonoïdes dans le mélange (Ribereau-Gayon, 1968).

800 μ l d'eau distillé est additionné à 200 μ l de l'échantillon (jus). 60 μ l de nitrite de sodium et de chlorure d'aluminium (10%) sont ajoutés, après 5 min 40 μ l d'hydroxyde de sodium (1M) sont additionnés, en dernier 480 μ l d'eau distillé sont mélangés à l'échantillon. Les absorbances des échantillons sont lues au spectrophotomètre à 510 nm. Chaque essai a été réalisé en trois répliques. Les résultats sont rapportés en mg équivalent de catéchine par 100 ml de jus (mg EQ/ 100 ml de jus) en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe2).

III.3.2. Dosage de la vitamine C

Le dosage est basé sur la réaction d'oxydation de la vitamine C par une solution de DCPIP (2,6-dichlorophénolindophénol) en milieu acide, le produit de réduction de ce dernier est de couleur rose. Si la vitamine C est présente, la coloration bleue du DCPIP qui devient rose dans les conditions acides, va donner un composé incolore en oxydant l'acide ascorbique selon les réactions suivantes (Hughes, 1983).



DCPIPH (rose) + Acide ascorbique \longrightarrow DCPIPH₂ (incolore) + acide déshydroascorbique.

La teneur en vitamine C a été déterminée selon la méthode décrite par Mau *et al.*, (2005). Un volume de 5 ml de jus est mélangé avec 5 ml d'acide oxalique (0,4%), après agitation pendant 5 min le mélange est centrifugé à 4500T/15 min. 500 μ l du surnageant sont mélangés avec 2500 μ l de DCPIP (2,6-dichlorophénolindophénol). L'absorbance est mesurée à 515 nm. Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique par 100 ml de jus (mg EAA/100 ml de jus) en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe3).

IV. Évaluation du pouvoir antioxydant

IV.1. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur se base sur la réaction d'oxydoréduction, dont la réduction du chlorure ferrique (FeCl_3) en chlorure ferreux (FeCl_2) en présence d'un agent chromogène : le Ferricyanure de Potassium en milieu acidifié par l'acide trichloracétique (Ribeiro *et al.*, 2008).

Le pouvoir réducteur a été déterminé selon la méthode décrite par Oyaizu (1986) rapportée par Kumar *et al.*, (2005), Un volume de 1ml de l'échantillon est ajouté à 2,5 ml de tampon phosphate (pH 6,6 ; à 0,2 M), suivi de 2,5ml de Ferricyanure de Potassium à 1% et après agitation, le mélange est incubé à 50°C pendant 20 min. 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10% sont additionnés au mélange puis centrifuger et un volume de 2,5 ml du surnageant est ajouté à 0,5 ml de chlorure ferrique à (0,1%). L'absorbance est lue à 700 nm. Le pouvoir réducteur des extraits est exprimé en mg équivalent d'acide ascorbique par 100 ml de jus (mg EAA/100 ml de jus) (annexe4).

IV.2. Activité anti-radicalaire DPPH°

L'activité anti radicalaire des extraits est déterminée par une méthode basée sur la réduction du radical diphényl picryl-hydrazyl (DPPH°), suite à un transfert d'hydrogène qui provient des différents antioxydants qui se trouve dans le milieu réactionnel (formule chimique ci-dessous). La réaction de réduction du DPPH° provoque la diminution de l'intensité de la couleur violette qui est mesurée par un spectrophotomètre à 515 nm, le mécanisme est récapitulé dans la réaction suivante : (Guimarães *et al.*, 2010).



Dont : AH : donneur de l'hydrogène.

Le protocole utilisé dans cette méthode est celui de Milardović *et al.*, (2006). Il consiste à mélanger 2900 μl de la solution DPPH° avec 100 μl de l'échantillon ; la mesure de la réaction de réduction de la solution du DPPH° a été faite à 515 nm après une incubation pendant 30 min. Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique par 100 ml de jus (mg EAA/100ml de jus) en référant à une courbe d'étalonnage (annexe5).

Matériels et méthodes

Le pourcentage d'inhibition est calculé selon la formule suivante :

$$\% \text{ inhibition du DPPH}^\circ = (\text{Abs cont} - \text{Abs ech} / \text{Abs cont}) \times 100$$

Dont : Abs cont : Absorbance du contrôle.

Abs ech : Absorbance d'échantillon.

V. Analyse statistique

Une analyse descriptive des résultats de trois essais a été réalisée à l'aide du logiciel Microsoft Office Excel 2013, afin de déterminer les moyennes et les écarts types.

D'autre part, une étude statistique a été faite par l'analyse de la variance ANOVA au seuil $p < 0,05$ à l'aide du logiciel STATISTICA 7.

RESULTATS ET DISCUSSION

Résultats et discussion

I. Paramètres physicochimiques

I.1. Acidité

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 différents échantillons étudiés est illustrée sur le tableau V

Tableau V : Résultats d'acidité titrable des échantillons de jus étudiés.

	J0	J1	J2	J3	J4	J7	J8	J9	J10	J14	J17
JF	13,47										
JP	14,15	12,91	12,75	13,29	12,80	12,73	12	12,52	12,73	12,23	12,38
JPEEO	14,8	13,11	12,68	12,56	12,47	12,22	12,65	12,73	12,25	12,45	12,97
JPAC	14,6	13,96	13,96	12,32	12,42	12,38	12,32	13,09	11,52	11,64	11,59
JPEPR	13,9	13,29	13,80	12,56	12,66	12,52	12,32	12,09	12,16	11,02	11,67

JF : Jus frais, JP : Jus pasteurisé, JPEEO : Jus pasteurisé enrichi avec écorces d'orange, JPEPR : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPAC : Jus pasteurisé contenant de l'acide citrique.

L'acidité des boissons enrichies à diminuer en fonction des jours (de J0 et J17) de 13,9 g/ml à 11,67g/ml pour le jus pasteurisé enrichi avec les pépins de raisin (JPEPR), de 14,80 g/ml à 12,97 g/ml pour le Jus pasteurisé enrichi avec écorces d'orange (JPEEO) et de 14,6 g/ml à 11,59 g/ml pour le jus pasteurisé contenant conservateur de synthèse « acide citrique » (JPAC).

D'après Gurak *et al.*, (2010) une acidité élevée dans un jus est dû à la présence d'acide citrique, tartrique, et malique, Ces acides assurent l'abaissement de la valeur du pH, assurant l'équilibre entre le goût acide et sucré.

Les valeurs du taux d'acidité titrable obtenues à partir de jour de fabrication (J0) jusqu'au dernier jour (J17) de conservation à 30°C, nous indiquent une variation de ce paramètre pour les différents échantillons analysés.

Ceci est dû au traitement de pasteurisation qui pourrait être insuffisant pour détruire toute la flore acidifiante, qui peut entraîner un certain nombre d'altération malgré le traitement de pasteurisation (Guiraud, 2003), Ce qui confirme que la composition et le temps de stockage influencent sur la teneur de l'acidité des jus.

Résultats et discussion

I.2. pH

La mesure du pH est l'un des paramètres les plus importants dans le contrôle de la qualité de toute denrée alimentaire, En outre le pH est important lors de l'utilisation des régulateurs d'acidité (Amiot *et al.*, 2002), Les résultats du pH des cinq produits sont présentés sur le tableau VI

Tableau VI: Résultats de pH des échantillons de jus étudiés.

	J0	J1	J2	J3	J4	J7	J8	J9	J10	J14	J17
JF	3,30										
JP	3,38	3,04	3,47	3,47	3,52	3,44	3,5	3,47	2,9	2,6	2,5
JPEEO	3,46	3,08	3,48	3,48	3,63	3,47	3,48	3,45	2,99	2,86	2,54
JPAC	3,3	3,04	3,44	3,44	3,49	3,41	3,42	3,41	2,95	2,73	2,46
JPEPR	3,43	3,07	3,5	3,51	3,56	3,47	3,47	3,46	3,02	2,73	2,52

JF : Jus frais, JP : Jus pasteurisé, JPEEO : Jus pasteurisé enrichi avec écorces D'orange, JPEPR : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPAC : jus contenant de l'acide citrique.

Les différents échantillons ont montré un pH variant entre 3,63 et 3,04 de J0 et J10. Ce pH acide permet de préserver la boisson contre les altérations microbiologiques (Benaissa, 2011), A partir du 10^{ème} jour nous avons observé une diminution du pH variant entre 3,02 et 2,46 ce qui peut traduire peut-être une altération du jus.

D'après les résultats illustrés dans le tableau, nous remarquons que les jus enrichis ont montré un pH un peu plus élevé par rapport aux jus frais et jus pasteurisé.

Selon Rutledge (1996), Le pH de la boisson doit être inclut dans l'intervalle de 3 à 4 pour mieux conserver les qualités de la boisson, Nos résultats semblent être dans l'intervalle rapporté par cet auteur.

Au cours de la conservation dans une étuve à 30°C, nous avons remarqué un abaissement des valeurs du pH pour tous les échantillons préparés et cela à partir du 10^{ème} jour, ceci est certainement dû : au traitement de pasteurisation qui pourrait être insuffisant pour détruire toute la flore acidifiante, Dont la flore banale acidophile et acidifiante qui peut entrainer un certain nombre d'altération malgré le traitement de pasteurisation (Guiraud, 1999).

L'enrichissement a exercé un effet significatif sur le pH du jus d'orange étudié, En effet une augmentation du pH a été notée pour les boissons enrichies en comparaison aux jus

Résultats et discussion

frais, jus pasteurisé et celui de l'acide citrique, Cela peut être expliqué par l'apport de substances bioactives qui ont exercées un effet inhibiteur sur les microorganismes.

Par contre, nous avons remarqué un changement et une dégradation des caractéristiques organoleptiques (altération de la texture, de l'aspect, de l'odeur, de la couleur et apparition de gaz) et ce à partir du 10^{ème} jour.

L'enrichissement a prolongé l'apparition de cette dégradation en comparaison au jus frais, pasteurisé et celui contenant de l'acide citrique et que c'est les pépins de raisin qui permet une meilleure conservation puis les écorces d'orange.

II. Potentiel bioactifs

II.1. Polyphénols totaux

Les composés phénoliques sont largement distribués dans les agrumes. Ils contribuent aux qualités nutritionnelles et sensorielles des fruits et légumes, ils sont responsables de leurs couleurs, flaveur et goût. Les résultats de la teneur en composés phénoliques des jus étudiés sont représentés sur la figure 11.

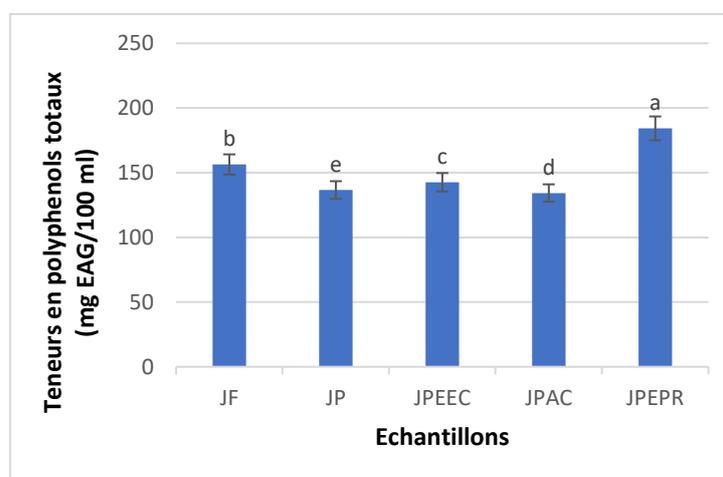


Figure 11: Teneurs en composés phénoliques totaux des différents échantillons de jus.

Les valeurs désignées par des lettres latines différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$) en fonction des jours pour les jus enrichi avec différentes matrices, Les résultats sont classés par ordre décroissant ($a > b > c$), JF : Jus frais, JP: Jus pasteurisé, JPEEO: Jus pasteurisé enrichi avec écorces D'orange, JPEPR: Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPAC: Jus pasteurisé contenant de l'acide citrique.

Les résultats obtenus montrent que, la teneur en composés phénoliques du jus frais étudié est de 156,36 mg EAG /100 ml de jus, Cette teneur est plus élevée que celle obtenus par Jinxue *et al.*

Résultats et discussion

(2021) pour la même variété (Tardive): 56,9 mg EQ/100 ml de jus, La différence peut être expliquée par l'intervention de plusieurs facteurs tels que les conditions climatiques, Nous avons constaté que la pasteurisation appliquée, comme traitement de conservation de notre jus, a affecté négativement et significativement sa teneur en composés phénoliques; une diminution presque de 13% de cette teneur a été enregistrée (136,63 mg EAG /100 ml de jus). Cela peut être expliqué la sensibilité de ces composés bioactifs aux températures élevées (figure11).

L'étude statistique montre, d'une part que la teneur en polyphénols totaux est différente significativement ($p < 0,05$) et elle les a classé dans l'ordre décroissant suivant : JPEPR > JF > JPPEO > JP > JPAC > avec des valeurs : 184,26 > 156,36 > 142,62 > 136,63 > 134,32 mg EAG/100ml de jus, respectivement.

L'enrichissement, avec les différentes matrices, a entraîné un changement du contenu phénolique total du jus d'orange pasteurisé. Une augmentation a été observée, quel que soit la matrice utilisée et quel que soit le jour d'analyse. Une teneur allant de 142,62 à 46,33 mg EAG/100 ml a été notée pour l'échantillon enrichi, avec les écorces d'orange (JPPEO), aux jours J0 et J17, respectivement, soit une élévation de 9,48% par rapport au jus pasteurisé. L'échantillon qui contient de l'acide citrique (JPEAC) a enregistré des teneurs de 134,32 à 43,27 mg EAG/100 ml, aux jours J0 et J17, respectivement soit une élévation de 9% par rapport au jus pasteurisé. Quant à l'échantillon enrichi avec les pépins de raisins (JPEPR), il renferme les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux (184,26 à 95,17 mg EAG/100 ml de jus, aux jours J0 et J17 respectivement), une augmentation de l'ordre de 28% a été observée, en comparant au jus pasteurisé non enrichi (figure 12).

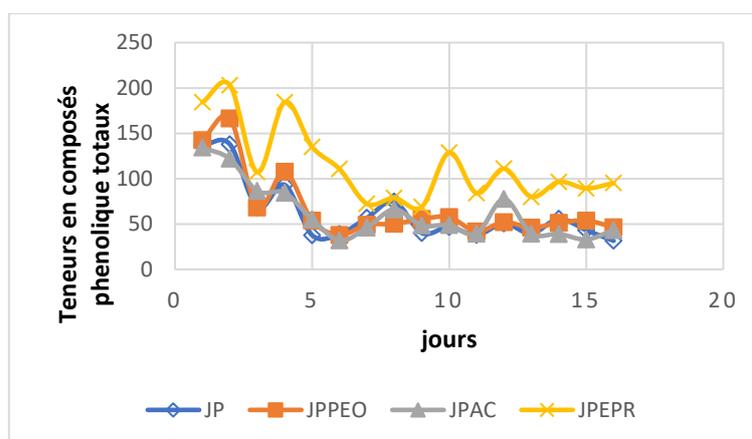


Figure 12: Teneurs en composés phénoliques totaux des différents échantillons de jus en fonction des jours.

Résultats et discussion

Nous avons noté également l'augmentation du contenu phénolique des différents échantillons, quel que soit la matrice d'enrichissement utilisée contrairement aux jus pasteurisés contenant un conservateur de synthèse (acide citrique). En effet, le jus enrichi avec les pépins de raisin donne des teneurs plus importantes que celles du jus frais qui n'a pas subi une pasteurisation, et le jus enrichi avec l'écorce d'orange a enregistré des teneurs plus élevées que le jus frais. Cette augmentation pourrait être attribuée à la libération de composés phénoliques à partir de la matrice d'enrichissement dans le jus d'orange en prolongeant le temps de contact : matrice-jus, soit une meilleure extraction de ces composés qui nécessite une prolongation du temps d'extraction.

Ces résultats peuvent être expliqués par la richesse des matrices étudiées en composés phénoliques, et comme les pépins de raisin sont plus riches en composés phénoliques en comparaison aux écorces d'orange, l'enrichissement avec les pépins de raisin a donné un meilleur rendement en composés phénoliques.

II.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes représentent une grande classe des composants polyphénoliques présents chez les végétaux ayant des effets bénéfiques sur la santé (Erdman *et al.*, 2007), Les résultats obtenus pour la teneur en flavonoïdes totaux des jus étudiés sont représentés sur la figure 13.

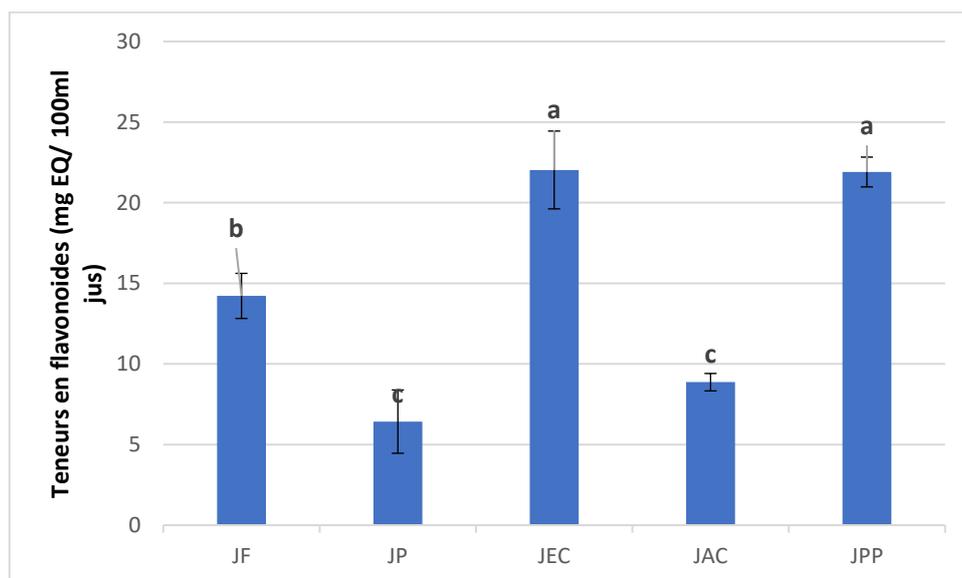


Figure 13 : Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons de jus,

Les valeurs désignées par des lettres latines différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$) en fonction des jours pour les jus enrichis avec différentes matrices, Les résultats sont classés par ordre

Résultats et discussion

décroissant ($a>b>c$) JF : Jus frais, JP: Jus pasteurisé, JPPEO: Jus pasteurisé enrichi avec écorces D'orange, JPEPR : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPEAC : Jus pasteurisé enrichi avec acide citrique.

Les résultats obtenus montrent que, la teneur en flavonoïdes du jus frais étudié est de 14,22 mg EQ/100 ml de jus, Cette teneur est plus élevée que celle obtenus par Kelebek *et al.*, (2008): 1,28 mg EQ/100 ml de jus. La différence peut être expliquée par l'intervention de plusieurs facteurs tels que l'effet du cultivar et les conditions climatiques. Nous avons constaté que la pasteurisation appliquée, comme traitement de conservation de notre jus, a affecté sa teneur en flavonoïdes, une valeur de 6,42 mg EQ/100 ml de jus a été enregistrée pour l'échantillon pasteurisé non enrichi (une diminution plus de 50%).

D'après notre étude statistique réalisée, Aucune différence significative ($p < 0,05$) a été observée pour les jus pasteurisé enrichi avec les deux matrices, ils ont donné le rendement d'extraction le plus élevé ceci s'explique par l'apport d'une quantité en plus de flavonoïdes par ces dernières. Vient en deuxième position le jus naturel puis le jus pasteurisé contenant acide citrique.

Enfin le jus pasteurisé classé en dernière position avec une efficacité moindre d'extraction, ce qui est lié au fait que les flavonoïdes sont sensiblement affectés et détruits par la chaleur lors du traitement de pasteurisation.

L'enrichissement du jus d'orange avec différentes matrices a entraîné une modification des teneurs en flavonoïdes après la pasteurisation. Une augmentation de ces composés a été observée, indépendamment de la matrice utilisée et du jour d'analyse. L'échantillon enrichi avec les écorces d'orange (JPPEO) a présenté une teneur en flavonoïdes allant de 22,03 à 5,64 mg EQ/100 ml aux jours J0 et J17, respectivement, ce qui correspond à une augmentation de 8% par rapport au jus pasteurisé non enrichi, L'échantillon contenant de l'acide citrique (JPEAC) a enregistré des teneurs de 8,86 à 1,86 mg EQ/100 ml aux jours J1 et J17, respectivement, dépassant les teneurs du jus pasteurisé avec une augmentation de 5%. L'échantillon enrichi avec les pépins de raisin (JPEPR) a présenté une teneur initiale élevée de 21,9 mg EQ/100 ml au jour J0, qui était presque similaire à celle du jus pasteurisé enrichi avec les écorces d'orange, Cependant, une réduction d'environ 39% a été observée pour l'échantillon JPEPR, mais ses teneurs en flavonoïdes restaient supérieures à celles des jus pasteurisés non enrichis (figure 14).

Résultats et discussion

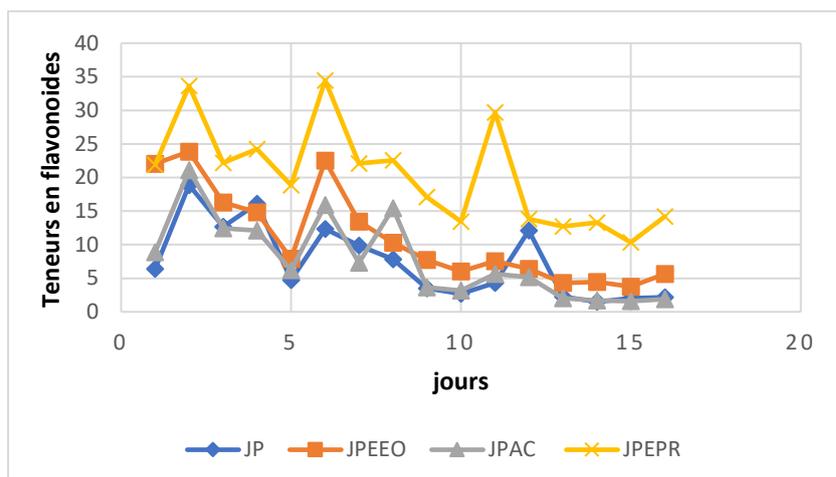


Figure 14 : teneurs en flavonoïdes des différents échantillons de jus en fonction des jours

II.3. Vitamine C

La vitamine C ou acide ascorbique est un nutriment hydrosoluble essentiel qui ne peut pas être synthétisé ou stocké par l'homme (Carr *et al.*, 2017), sensible à la chaleur, aux ultraviolets et à l'oxygène, Elle a des activités physiologiques et métaboliques essentielles chez l'homme, mais n'est obtenue que par l'alimentation (Carità *et al.*, 2019), Les résultats de la teneur en vitamine C des différents échantillons sont représentés sur la figure 15.

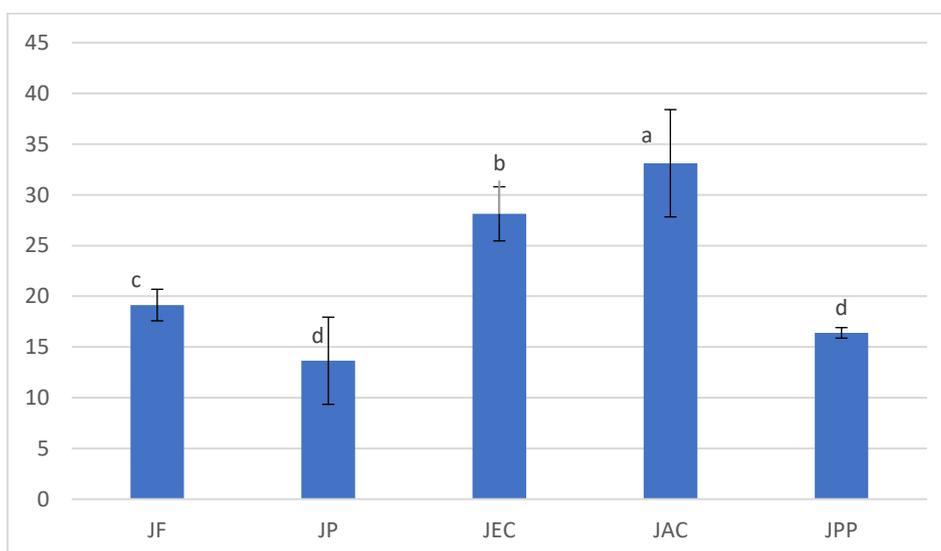


Figure 15 : teneurs en vitamine C des différents échantillons de jus

Les valeurs désignées par des lettres latines différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$) en fonction des jours pour les jus enrichi avec différentes matrices, Les résultats sont classés par ordre décroissant ($a > b > c$), JF : Jus frais, JP : Jus pasteurisé, JPEEO : Jus pasteurisé enrichi avec écorces

Résultats et discussion

D'orange, JPEPR : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPEAC : Jus pasteurisé contenant de l'acide citrique.

Nos résultats ont démontré une diminution de 29% pour la teneur en vitamine C du JP par apport au JF de 19,13 à 13,64 mg EAA/100 ml du jus.

Gomes *et al.*, (2021), montrent que dans le jus d'orange, la dégradation de l'acide ascorbique a été affectée par la valeur du pH, le niveau d'oxygène dissous, la maturité des fruits et la variété d'agrumes, Ces mêmes auteurs indiquent également, que la vitamine C est très sensible aux conditions de stress utilisées lors de la transformation des aliments, comme l'application de températures élevées pour inactiver les micro-organismes d'altération et les enzymes endogènes,

L'analyse statistique révèle une différence significative ($p < 0,05$) entre les teneurs en vitamine C des différents échantillons étudiés, mesurées au jour J0, et de les classer dans l'ordre décroissant suivant : JPAC > JPEEO > JF > JPEPR > JP avec des valeurs : 33,11 > 28,12 > 19,13 > 16,39 > 13,64 mg EAA/100ml de jus, respectivement.

La teneur en vitamine C dans le jus pasteurisé est faible par rapport à celle du jus naturel, ceci peut être expliqué par le fait que le traitement thermique présente un facteur principal dans la dégradation de la vitamine C (Elez-Martinez et Martin-Belloso, 2007).

L'enrichissement avec les différentes matrices a entraîné un changement des teneurs en vitamine C des jus enrichis au fil des jours, nos résultats démontrent une diminution de 75% pour JPAC (33,11 à 8,52 mg EAA/100 ml) et des diminutions moins prononcées de 56% pour JPEEO (28,45 à 12,74 mg EAA/100 ml).

Une diminution de 30% a été observée, entraînant ainsi une baisse de la teneur en vitamine C de 16,39 mg EAA/100 ml de jus à 11,54 mg EAA/100 ml de jus. Ceci est probablement dû à une faible teneur des pépins de raisin en vitamine C, Lee et Kader (2000) et Kader (1992), ont rapporté que la variabilité des teneurs en acide ascorbique des raisins est affectée par plusieurs facteurs tels que les facteurs pré-récolte y compris les conditions climatiques notamment l'exposition au soleil, la maturité à la récolte, la méthode de récolte, les conditions de manipulation post-récolte (stockage), les espèces, les cultivars, les tissus, ainsi que le génotype.

Résultats et discussion

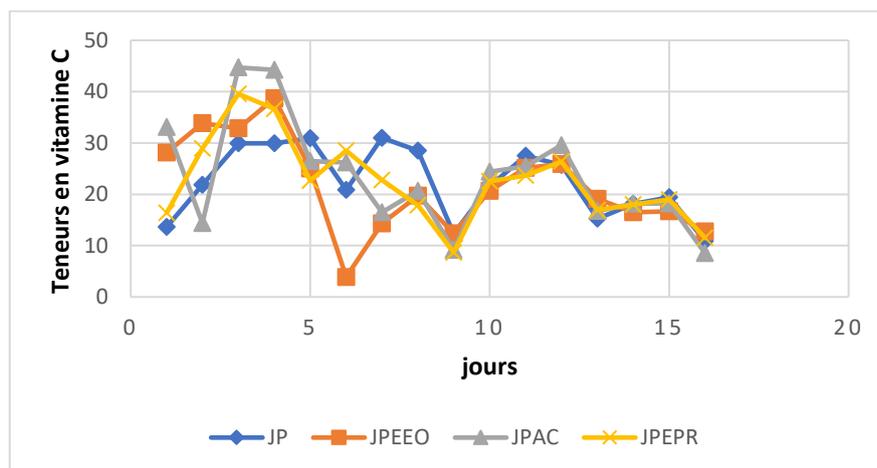


Figure 16 : Teneurs en vitamine C des différents échantillons de jus en fonction des jours

III. Pouvoir antioxydant

III.1. Pouvoir réducteur

La mesure de la réduction directe de $Fe^{+3}CN$ (6) en $Fe^{+2}CN$ (6), décrite par (Kholkhal *et al.*, 2013 ; Pavithra *et al.*, 2013), est employée dans le but d'évaluer le pouvoir réducteur d'écorces d'oranges, pépins de raisins et de l'acide citrique, Les résultats du pouvoir réducteur des différents échantillons sont rassemblés sur la figure 17.

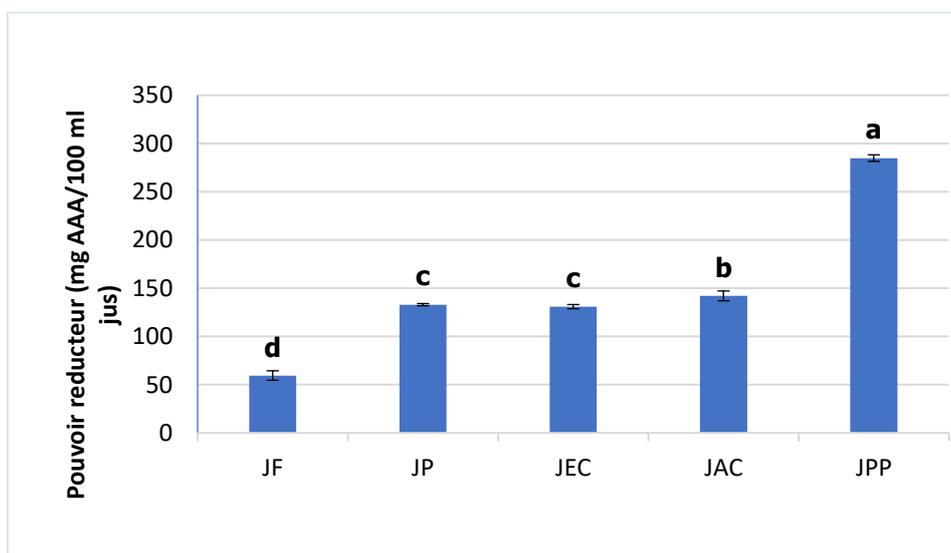


Figure 17 : Pouvoir réducteur des différents échantillons de jus

Les valeurs désignées par des lettres latines différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$) en fonction des jours pour les jus enrichi avec différentes matrices, Les résultats sont classés par ordre décroissant ($a > b > c > d$) JF : Jus frais, JP : Jus pasteurisé, JPEEO : Jus pasteurisé enrichi avec écorces D'orange, JPEPR : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, JPAC : jus pasteurisé contenant de l'acide citrique.

Résultats et discussion

L'étude statistique a permis de révéler des différences significatives (JPEPR > JPAC > JP > JPEEO > JF) avec des valeurs : 284,84 > 142,02 > 132,94 > 130,87 > 59,46 mg EAA/100ml, respectivement.

Le pouvoir réducteur des différents jus présente un effet significatif ($p < 0,05$), il varie d'un mélange à un autre, d'après la présentation graphique, le jus frais présente le plus faible pouvoir réducteur par rapport au jus d'orange pasteurisé et le jus enrichi avec écorce d'orange. Tandis que le jus contenant de l'acide citrique est classé en deuxième position et les jus enrichis avec les pépins de raisin en première position.

L'étude statistique a révélé une différence significative ($p < 0,05$) du pouvoir réducteur entre les deux matrices ainsi que l'acide citrique. Comparés aux écorces d'orange et à l'acide citrique, les pépins de raisin ont un pouvoir réducteur plus élevé, qui peut être expliqué au fait que les pépins de raisin soient riches en composés phénoliques comme il a été prouvé dans l'étude présente.

Les différences observées dans les résultats peuvent être expliquées par plusieurs facteurs, Tout d'abord, l'enrichissement des jus avec différentes matrices, telles que les écorces d'orange, les pépins de raisin ainsi l'ajout de l'acide citrique peut introduire des composés bioactifs spécifiques qui ont un impact sur le pouvoir réducteur du jus.

D'après Guimarães *et al.*, (2010) qui ont enregistré une teneur pour le jus d'orange de 319 mg/100ml, cette dernière est 5 fois supérieure aux résultats obtenus dans la présente étude. Selon Xu *et al.*, (2008) la capacité antioxydante est influencée par plusieurs facteurs, tels que la variété, le degré de maturation, le sol, le climat et les méthodes analytiques.

Les résultats obtenus sont plus élevés que ceux obtenus par Xu *et al.*, (2008), qui ont rapporté un pouvoir réducteur de 30,74 mg EAA/100 ml d'un jus d'agrumes.

L'enrichissement des jus avec différentes matrices a entraîné une évolution du pouvoir réducteur des jus enrichis au fil des jours (J0, J3, J6, J10, J15). Une diminution de 38% a été observée pour le jus enrichi avec les écorces d'orange (JPEEO), passant de 130,87 mg EAA/100 ml à 80,15 mg EAA/100 ml. De même, une diminution de 46% a été observée pour le jus enrichi avec l'acide citrique (JPEAC), passant de 142,02 mg EAA/100 ml à 75,81 mg EAA/100 ml. Pour le jus enrichi avec les pépins de raisin (JPEPR), une diminution de 45% a été constatée, passant de 284,84 mg EAA/100 ml à 154,57 mg EAA/100 ml (figure 18).

Résultats et discussion

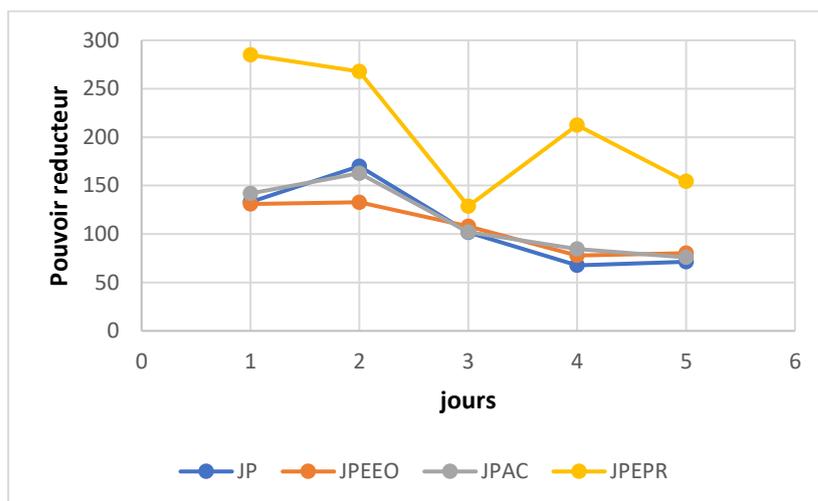


Figure 18 : Pouvoir réducteur des différents échantillons de jus en fonction des jours

Cette augmentation est rapportée par les pépins de raisin, en effet, les écorces d'orange ainsi que l'acide citrique ont plus de capacité d'activité radicalaire.

Il est important de noter que ces résultats sont basés sur une étude statistique et que d'autres facteurs, tels que les conditions de stockage et de manipulation des échantillons, pourraient également influencer les différences observées dans les résultats.

III.2 Activité anti radicalaire

Les résultats du pouvoir anti-radicalaire par le DPPH° des différents échantillons sont rassemblés sur la figure 19.

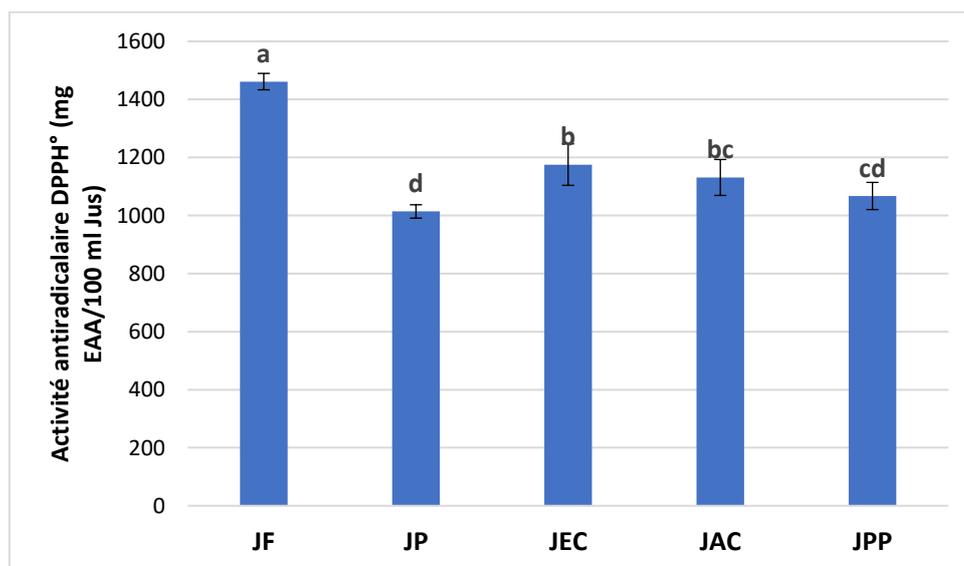


Figure 19 : Activité anti radicalaire des différents échantillons de jus.

Résultats et discussion

Les valeurs désignées par des lettres latines différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$), (JF) : Jus frais, (JP) : Jus pasteurisé, (JPEEO) : Jus pasteurisé enrichi avec écorces D'orange, (JPEPR) : Jus pasteurisé enrichi avec pépins de raisin, (JPAC) : jus pasteurisé contenant de l'acide citrique.

Les résultats de notre étude révèlent que tous les échantillons présentent une activité antiradicalaire DPPH°, mais cette activité varie significativement d'un échantillon à l'autre. Nous avons constaté que le jus frais exhibe la plus forte activité antiradicalaire parmi tous les échantillons étudiés. Cependant, la pasteurisation a entraîné une diminution de cette activité, bien que l'effet de la pasteurisation varie selon les différentes matrices utilisées.

D'après notre étude statistique réalisée au jour J0, aucune différence significative ($p < 0,05$) n'a été observée entre le jus pasteurisé enrichi avec l'écorce d'orange (JPEC) et celui enrichi avec l'acide citrique (JPAC), ainsi qu'entre le jus pasteurisé enrichi avec les pépins de raisin (JPEPR) et le jus pasteurisé non enrichi (JP). En revanche, une différence significative ($p < 0,05$) a été observée entre le jus frais (JF) et les autres échantillons.

Ces résultats soulignent l'impact du traitement thermique et de l'enrichissement sur l'activité antiradicalaire du jus d'orange, Ils mettent en évidence la nécessité de prendre en compte ces facteurs lors de la transformation des jus de fruits afin de préserver au maximum leur potentiel antioxydant.

Des études antérieures ont déjà démontré que les pépins de raisin et les écorces d'orange sont des sources riches en composés phénoliques, notamment les acides phénoliques et les flavonoïdes, qui sont connus pour leur forte activité antioxydante. Ces composés jouent un rôle clé dans la neutralisation des radicaux libres et la protection contre les dommages oxydatifs (Gormat *et al.*, 2015). Par conséquent, l'enrichissement des jus d'orange avec ces matrices permet d'accroître leur potentiel antioxydant.

Nos résultats ont révélé une diminution significative de l'activité antiradicalaire du jus pasteurisé par rapport au jus frais, avec une baisse de 31% de l'activité antiradicalaire pour le jus pasteurisé (JP) par rapport au jus frais (JF), passant de 1461,48 à 1014,10 mg EAA/100 ml de jus.

Cette diminution peut être attribuée au traitement thermique auquel le jus pasteurisé est soumis. En effet, le traitement thermique peut entraîner la dégradation des antioxydants présents dans le jus, ce qui affecte leur activité antiradicalaire. Les antioxydants jouent un rôle

Résultats et discussion

essentiel dans la capacité du jus à neutraliser les radicaux libres, et leur dégradation due à la chaleur peut donc réduire l'activité antiradicalaire globale du jus pasteurisé.

Une diminution de l'activité antiradicalaire a été observée dans les jus enrichis au fil des jours, suite à l'enrichissement avec différentes matrices. Une diminution de 46% a été constatée pour le jus enrichi avec les pépins de raisin (JPEPR), passant de 1040,37 à 570 mg EAA/100 ml de jus, tandis qu'une diminution significative de 54% a été observée pour le jus enrichi avec l'acide citrique (JPEAC), passant de 1080,91 à 503,03 mg EAA/100 ml de jus. De plus, le jus enrichi avec les écorces d'orange (JPEEO) a connu une diminution significative de 40%, passant de 1236,26 à 494,05 mg EAA/100 ml de jus (figure 20).

Ces résultats mettent en évidence l'impact de l'enrichissement sur l'activité antiradicalaire des jus étudiés. Les différentes matrices utilisées pour l'enrichissement ont influencé de manière significative la capacité des jus à neutraliser les radicaux libres. La diminution observée peut être attribuée à la dégradation des composés antioxydants présents dans les jus au fil du temps, ce qui peut être influencé par divers facteurs, tels que l'oxydation et l'interaction avec d'autres composés présents dans les matrices d'enrichissement.

Ces résultats soulignent l'importance de prendre en compte l'évolution de l'activité antiradicalaire des jus enrichis dans le cadre de leur utilisation et de leur conservation, afin de garantir la préservation maximale de leurs propriétés antioxydantes.

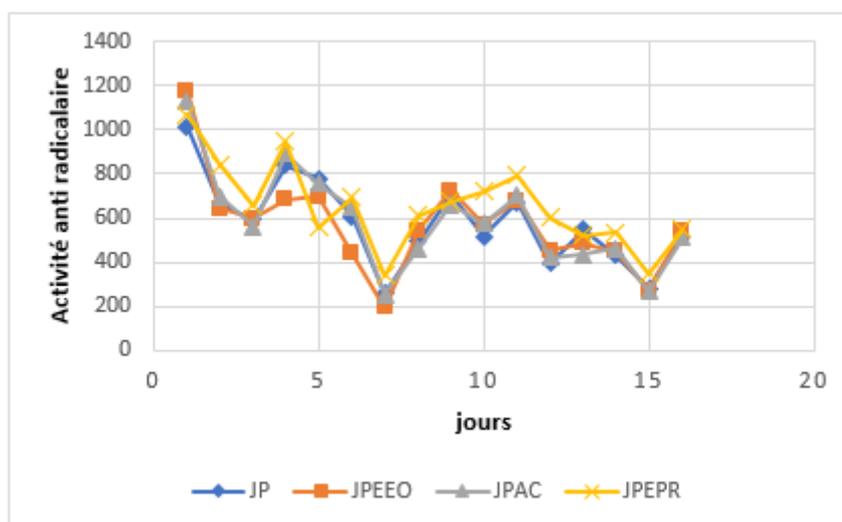


Figure 20 : Activité anti radicalaire des différents échantillons de jus en fonction des jours

CONCLUSION

Conclusion

Dans le cadre de notre étude, nous avons examiné l'effet de l'enrichissement du jus d'orange pasteurisé avec des pépins de raisin et des écorces d'orange sur une durée de conservation de 17 jours à 30°C. Nous avons suivi les paramètres physico-chimiques (pH et l'acidité), les teneurs en antioxydants (composés phénoliques, les flavonoïdes et la vitamine C), ainsi que les propriétés antioxydantes (l'activité anti-radicalaire DPPH° et le pouvoir réducteur), pendant une période allant du jour de fabrication jusqu'au 17ème jour.

Nos résultats ont montré que l'enrichissement des jus d'orange avec des pépins de raisin et des écorces d'orange a contribué à prolonger la stabilité du pH et de l'acidité par rapport aux échantillons de jus frais, pasteurisé et contenant de l'acide citrique. En effet, les pépins de raisin ont démontré leur efficacité dans la conservation du pH, suivi des écorces d'orange.

L'enrichissement du jus d'orange avec les pépins de raisin et les écorces d'orange a permis de compenser la perte de composés bioactifs due à la pasteurisation. En particulier, l'enrichissement avec les pépins de raisin a conduit à des rendements plus élevés en polyphénols totaux (184,26 mg EAG/100g MS) et en flavonoïdes (21,9 mg EQ/100 ml) par rapport au jus d'orange frais et non enrichi. De même, l'enrichissement avec les écorces d'orange a entraîné des rendements supérieurs en flavonoïdes (22,03 mg EQ/100ml), en vitamine C (28,12mg EAA/100ml) et en activité anti-radicalaire (1236,26 mg EAA/100ml) par rapport au jus d'orange frais et non enrichi.

Nos résultats montrent également que l'enrichissement des jus d'orange avec les matrices végétales utilisées, à savoir les pépins de raisin et les écorces d'orange, a conduit à une meilleure conservation par rapport aux jus non enrichis et aux jus contenant de l'acide citrique. En effet, l'utilisation des pépins de raisin et des écorces d'orange a contribué à préserver la qualité des jus d'orange en termes de stabilité et de durée de conservation. Ces matrices végétales ont démontré leur capacité à retarder la dégradation du jus, ce qui se traduit par une meilleure préservation des caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques, y compris le pH.

Ces résultats mettent en évidence l'intérêt de l'enrichissement des jus d'orange avec des sources naturelles telles que les pépins de raisin et les écorces d'orange pour améliorer leur stabilité et leur durée de conservation. Cette approche offre une alternative prometteuse aux

Conclusion

conservateurs de synthèse tels que l'acide citrique, tout en préservant la qualité et les propriétés organoleptiques des jus.

En prenant en compte les résultats encourageants de cette étude, il existe plusieurs perspectives intéressantes pour approfondir la recherche sur l'enrichissement des jus d'orange avec des pépins de raisin et des écorces d'orange. Voici quelques suggestions :

✚ Étude de la stabilité à long terme : Il serait pertinent d'évaluer la stabilité des jus enrichis sur une période plus longue, en tenant compte de différents paramètres tels que la composition nutritionnelle, les propriétés antioxydantes et la qualité sensorielle. Cela permettrait de mieux comprendre l'évolution des composés bioactifs au fil du temps et de déterminer la durée de conservation optimale des jus enrichis.

✚ Évaluation de l'activité microbienne : Il serait intéressant d'étudier l'activité microbienne des jus enrichis, en particulier en ce qui concerne la croissance de micro-organismes pathogènes. Cela permettrait d'évaluer l'effet inhibiteur des composés présents dans les pépins de raisin et les écorces d'orange sur les agents pathogènes et de déterminer leur potentiel comme agents de conservation naturels.

✚ Optimisation des proportions d'enrichissement : Il serait pertinent d'explorer différentes proportions d'enrichissement des jus d'orange avec des pépins de raisin et des écorces d'orange pour trouver la combinaison optimale qui offre la meilleure teneur en composés bioactifs et les propriétés antioxydantes les plus élevées.

✚ Études d'acceptabilité sensorielle : Pour garantir l'acceptation des consommateurs, il est important d'évaluer l'impact de l'enrichissement sur la qualité sensorielle des jus. Des études d'acceptabilité sensorielle peuvent être menées pour évaluer la préférence des consommateurs et ajuster les proportions d'enrichissement en fonction de leurs préférences.

✚ Il serait important d'assurer la qualité marchande et hygiénique permettant la préservation de la santé des consommateurs. Elles consistent à chercher et à dénombrer les principaux germes microbiens rencontrés dans nos aliments afin d'en maîtriser leur présence ou absence.

Bibliographie

Bibliographie

A

AFNOR (1974). Norme française homologuée (NF V05-101) : Produits dérivés de fruits et légumes. Détermination de l'acidité titrable. AFNOR, Tour Europe, Paris Cedex.

Amengual, J. (2019). Bioactive properties of carotenoids in human health. *Nutrients*, 11(10), [2388]. <https://doi.org/10.3390/nu11102388>

AMROUCHE F. (2019). Process de fabrication des jus d'orange. *Génie Alimentaire*. In <https://www.genie-alimentaire.com/spip.php?article291>.

B

Bahorun T., Gressier B., Trotin F., Brunet C., Dine T., Luyckx M., Vasseur J., Cazin M., Cazin J.C. et Pinkas M. (1996). Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. *Arzneim-Forsch DrugResearch*. (46): 1086 –1108.

Bourgeois CM et Leveau JY. (1991). Le contrôle microbiologique. Techniques d'analyses et de control dans les industries agro-alimentaires. Paris : Edition. Lavoisier- Tec & Doc: 234.

Bourokaa A. (2012). Etude biochimique de l'adultération du jus de fruits. Micro thèse. Université de Carthage. 89p.

C

Cabanis J.C., Cabanis M.T., Cheynier V. et Teissedre P.L. (1998). Caractérisation de la matière première et des produits élaborés. Dans: *Oenologie: fondements scientifiques et technologiques*. Eds Flanzky, C., Lavoisier, Tec & Doc, Paris, pp 291-336.

Cachau-Herreillat D. et Laffitte M. (2009). Des expériences de la famille acide-base: réussir, exploiter et commenter 50 manipulations de chimie (Bruxelles, Belgique: De Boeck). 541.372 CAC.

Cadot Y., Miñana-Castelló M. T. and Chevalier M. (2006) .Anatomical, histological, and histochemical changes in grape seeds from *Vitis vinifera* L. cv *Cabernet franc* during fruit development. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54: 9206-9215.

CODEX STAN 247 (2005). Norme générale codex pour les jus et les nectars de fruits.

Cortes C., Esteve M. J. et Frigola, A. (2008). Color of orange juice treated by high intensity pulsed electric fields during refrigerated storage and comparison with pasteurized juice. *Food Contam*, 19: 151–158.

Bibliographie

D

Davies F S. et A. L. (1994). Fruit quality, harvesting and postharvest technology. In Citrus. Atherton J., Rees, A., Eds. Crop Production Science in Horticulture. CAB International, Citrus (pp.246-272).

Dugrand- Judek A., (2015). Contribution à l'étude phytochimique et moléculaire de la synthèse des coumarines et furocoumarines chez diverses variétés d'agrumes du genre Citrus

E

Ercan B, Ilhami Gu (2011). Polyphénol Contents And In Vitro Antioxydantactivities Of Lyophilised Aqueous Extract Of Kiwi Fruit (Actinidiadeliciosa). Foodresearch International 44: 1482-1489.

G

Gorinstein Shela., Martin-Belloso Olga., Seo parc Yong., Haruenkit Ratiporn, Lojek Antonin., Ciz Milan., Caspi Abraham., Libman Imanuel. Et Trakhtenberg Simon. (2001). Comparaison de quelques caractéristiques biochimiques de différents agrumes. Chimie alimentaire, (74)3 : 309-315.

Guignard J L. (2001). In Botanique Systematique Moleculaire. 12eme Edition Masson (Paris). Pp 304

Guimarães L., Barros., Barreira., MJ Sousa., AM Carvalho. Et IC Ferreira. (2010). Cibler les radicaux libres excessifs avec les zestes et les jus d'agrumes : pamplemousse, citron, citron vert et orange Chimie alimentaire. Toxicol. (48): 99 – 106

Guiraud Jp (2003). Microbiologie Alimentaire. Paris: Edition Dunod: 42-63.

H

Hassoun, A.; Carpena, M.; Prieto, M.A.; Simal-Gandara, J.; Ozugul F.; Ozogul, Y.; Çoban, O.E.; Gudjónsdóttir, M.; Barba, F.J.; Martí-Quijal, F.; Jambrak, A.R.; MaltarStrmečki, N.; Kljusurić, J.G., and Regenstein, J.M. Use of Spectroscopic Techniques to Monitor Changes in Food Quality during Application of Natural Preservatives: A Review. Antioxidants, 2020, 9(9), 882-1012.

Hosni, K., Zahed, N., Chrif, R., Abid, I., Medfei, W., Kallel, M., and Sebei, H. (2010). Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species: Evidence for the genotypic influence. Food Chemistry, 123(4), 1098-1104.

Huang Y. S. C. Ho (2010), Polymethoxy flavones are responsible for the anti-inflammatory activity of citrus fruit peel, Food Chem., 119 868-873

Bibliographie

Hughes D.E. (1983). Trimetric determination of ascorbic acid with 2,6-dichlorophenol indophenols in commercial liquid diets. *Journal of pharmaceutical sciences.* (72):126-129.

J

Jacob R., Hasegawa S. ET Manners G. (2000). The potential of Citrus Limonoids as Anticancer Agents. *Perishables Handling Quarterly Issue.* Pp. 102.

K

Kahn Jean et Tonello Carole. Les hautes pressions en agro-alimentaires. In: *Bulletin ; Académie Vétérinaire de France* tome 152 n°2, 1999. pp. 157-162;

Kimball A.D. (1999). Description of Citrus Fruit. In: << *Citrus Processing: A Complete Guide* >> juice and orange wine made from a Turkish cv. Kozan. *Food Chemistry,* (107):1710-1716.

Kumar R.S., Sivakumar T., Sunderam R.S., Gupta M., Mazumdar U.K., Gomathi P., ajeshwarY., Saravanan S., Kumar M.S., Muruges K. et Kumar K.A. (2005). Antioxidant and antimicrobial activities of *Bauhinia racemosa* L. stem bark. *Brazilian Journal of Medical and Biological Research.* (38):1015.

L

Ladaniya S.M. (2008). Citrusfruit biology, technology, and evaluation. Ed: Elsevier r: 13-26

Lamaison J.L. et Carnat A. (1991). Teneurs en principaux flavonoides des fleurs et des feuilles de *Crataegus monogyna* Jacq. Et de *Crataegus laevigata* (Poiret) DC. En fonction de la végétation. *Pl. Med. Phytother,* (25): 12 - 16.

Leitsner Et Gould, (2002) Hurdler Technologies. *Combinassions Treatments for Food Stability, Safety and Quality.* Kluwer Academic/ Plenum Publishers. New York, Usa.

M

Mahale, D.P.; Khade, R.G. and Vaidya, V.K. Microbiological analysis of street vended fruit juices from Mumbai city, India. *Internet J. Food Saf.* 2008, 10(9), 31–34.

Maherani, B.; Khlifi, M.A.; Salmieri, S. and Lacroix, M. Design of biosystems to provide healthy and safe food—part B: effect on microbial flora and sensory quality of orange juice. *European Food Research and Technol.,* 2019, 245, 581-591.

Bibliographie

Masci, A. ; Coccia, A. ; Lendaro, E. ; Mosca, L. ; Paolicelli, P. et Cesa, S (2016). Evaluation of Different Extraction Methods from Pomegranate Whole Fruit or Peels and the Antioxidant and Antiproliferative Activity of the Polyphenolic Fraction. *Food Chemistry* 202, 59-69.

M'HIRI N., (2015). Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur les phénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange « Maltaise demi sanguine» et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone.

Milardović S., Iveković D. and Grabarić B.S. (2006). A novel amperometric method for antioxidant activity determination using DPPH free radical. *Bioelectrochemistry*, (68): 175-180.

Moulehi, S. Bourgou, I. Ourghemmi, T. M. and Saidani, (2012) Variety and Ripening Impact on Phenolic Composition and Antioxidant Activity of Mandarin (*Citrus Reticulate Blanco*) and Bitter Orange (*Citrus aurantium L.*) Seeds Extracts, *Ind. Crops Prod.*, 39 74- 80.

N

Nout R., Honnhonigan J-D. et Boekel T-V. (2003). Les Aliments: Transformation, Conservation Et Qualité. Ed. Cta, Germany. Pp 37 -42, 134-261, 109-119.

O

Ollitrault P., Dambier D., Froelicher Y., Luro F. Et Cottin, R. (2000). La Diversité Des Agrumes : Structuration Et Exploitation par Hybridation Somatique. *Compte Rendu D'académie D'agriculture De France*. 86 (8) : 197-221.

Oyaizu M. (1986). Studies on product of browning reaction prepared from glucose amine. *Japanese Journal of Nutrition*. (44): 307-315.

Ouissam, k. (s.d.). Erosion génétique des espèces agrumicoles dans la wilaya Skikda

R

Rao, A. V. and Rao, L. G. (2007) Carotenoids and human health. *Pharmacological Research*, 55(3), 207-216.

Rao, P. and Rathod, V. Valorization of food and agricultural waste: A step towards greener future. *Chem. Rec.*, 2019, 19, 1858–1871.

Ribeiro S.M.R., Barbosa L.C.A., Queiroz J.H., Knodler M. and Schieber A. (2008). Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica L.*) varieties. *Food Chemistry*. (110): 620–626.

Bibliographie

Ribereau-Gayon P. (1968). Notion générale sur les composés phénoliques. In : Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod. pp : 1-40.

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

Rombaut N. (2013). Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin. Thèse de doctorat, Université de technologie de Compiègne, Compiègne, France.

S

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

Sekli-Belaidi F. (2011). Fonctionnalisation de Surfaces d'électrodes par un Film de Poly (3,4-Ethylènedioxythiophène) PEDOT pour l'élaboration de Microcapteur Spécifique des acides Ascorbique et Urique: Application a l'étude des Propriétés Antioxydantes du Sérum Sanguin. Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse.

SINE J-P (2008). Module de Biochimie Analytique et de Biologie Moléculaire pour les Biotechnologies (S4B0600) : Parcours Biochimie- Biologie Moléculaire, Biochimie Analytique « Travaux dirigés », p107.

Smith. B.Li. B and M. D. M. Hossain (2006), Extraction Of Phenolics From Citrus Peels I. Solvent Extraction Method, Sep. Purif. Technol., 48 182-188.

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.

V

Velioglu Y.S., Mazza G., Gao L. et Oomah B.D. (1998).Antioxidant Activity and TotalPhenolics in Selected Fruits, Vegetables, and Grain Products. J. Agric. Food Chem. (46): 4113-4117.

Vikram V.B., Ramesh M.N. et Prapulla S.G. (2005). Thermaldegradation kinetics of nutrients in orange juice heated byelectromagnetic and conventional methods. J. Food Eng. (69): 31–40.

Y

Ye X (2017). Chapter 9: Health benefits of orange juice and citrus flavonoids. In Phytochemicals in Citrus: Applications in Functional Foods. Boca Raton: CRC Press, 737 p.

Annexes

Annexes	Principes actifs	Droite d'équation
Annexe 1	Polyphénols	$Y = 7,348x$
Annexe 2	Flavonoïdes	$Y = 2,3604x$
Annexe 3	Vitamine c	$Y = 1024,6x$
Annexe 4	Pouvoir réducteur	$Y = 9,989x$
Annexe 5	Pouvoir anti radicalaire	$Y = 183,5x$

Résumé

Le présent travail a porté sur l'enrichissement des jus d'orange avec des pépins de raisin et des écorces d'orange, en comparaison avec l'utilisation d'un conservateur de synthèse tel que l'acide citrique, pour améliorer la durée de conservation à une température de 30°C. Différents paramètres physico-chimiques tels que le pH, l'acidité, les teneurs en composés phénoliques, flavonoïdes et vitamine C, ainsi que les propriétés antioxydantes, ont été suivis pendant une période de 17 jours. Les résultats ont montré que l'enrichissement des jus d'orange avec les pépins de raisin et les écorces d'orange a permis de compenser la perte de composés bioactifs due à la pasteurisation et a prolongé la durée de conservation des échantillons à 30°C. Les pépins de raisin ont montré de meilleurs rendements en polyphénols totaux, flavonoïdes et vitamine C par rapport aux jus frais et non enrichis, tandis que les écorces d'orange ont également contribué à des niveaux améliorés de flavonoïdes et de vitamine C. De plus, les propriétés antioxydantes des jus enrichis étaient plus élevées que celles des jus non enrichis et des jus contenant de l'acide citrique. Ainsi, l'utilisation de ces matrices végétales a été identifiée comme une solution efficace pour enrichir les jus d'orange en antioxydants naturels, offrant ainsi une alternative préférable aux conservateurs chimiques et aux additifs industriels. Les pépins de raisin et les écorces d'orange sont des sous-produits naturels qui peuvent être valorisés pour améliorer la stabilité et la qualité des jus de fruits.

Mots clés : Enrichissement, Jus d'orange, Pépins de raisin, Écorces d'orange, Antioxydants, Conservation

Abstract

This study focused on enriching orange juice with grape seeds and orange peels, compared to the use of a synthetic preservative such as citric acid, to improve the shelf life at a temperature of 30°C. Various physicochemical parameters such as pH, acidity, content of phenolic compounds, flavonoids, and vitamin C, as well as antioxidant properties, were monitored over a period of 17 days. The results showed that enriching orange juice with grape seeds and orange peels compensated for the loss of bioactive compounds due to pasteurization and extended the shelf life of the samples at 30°C. Grape seeds exhibited higher yields of total polyphenols, flavonoids, and vitamin C compared to fresh and non-enriched juices, while orange peels also contributed to improved levels of flavonoids and vitamin C. Furthermore, the antioxidant properties of the enriched juices were higher than those of non-enriched juices and juices containing citric acid. Thus, the use of these plant matrices has been identified as an effective solution to enrich orange juice with natural antioxidants, providing a preferable alternative to chemical preservatives and industrial additives. Grape seeds and orange peels are natural by-products that can be valorized to enhance the stability and quality of fruit juices.

Keywords: Enrichment, Orange juice, Grape seeds, Orange peels, Antioxidants, Conservation