

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 de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Valorisation des écorces d'agrumes
pour la fabrication d'une boisson fonctionnelle**

Présenté par :

KHELEF SARA & MANSOURI MERIEM IMENE

Soutenu le : **04/07/2024**

Devant le jury composé de :

Mme GUEMGHAR Hayat	Prof	Présidente
Mme BRAHMI Nabila	MCA	Encadreur
Mlle ISSAADI Ouarda	MCB	Examinatrice
Mlle BOUIZAR Roukia	Doc	Co-encadrant

Année universitaire : 2023 / 2024

Remerciement

*Avant tout nous remercions **DIEU** le tout-puissant qui nous a procuré de la volonté, de la santé et du courage pour mener à terme ce travail.*

Nous tenons à remercier chaleureusement les personnes suivantes, sans qui nous n'aurions pas pu achever cette recherche ni réussir notre master :

*Nous souhaitons adresser nos sincères remerciements à notre promotrice, **Mme BRAHMI Nabila** pour ses conseils avisés et son initiative dans le choix et l'encadrement de ce sujet.*

*Nous tenons également à exprimer notre profonde gratitude à la doctorante **Mlle BOUIZAR Roukja** pour le précieux temps qu'elle nous a consacré, pour sa patience, sa simplicité, son soutien constant et ses encouragements tout au long de ce travail. Nous lui sommes profondément reconnaissants pour ses commentaires constructifs et ses recommandations éclairées sur notre mémoire.*

*Nous remercions aussi à l'ensemble du personnel du laboratoire de contrôle de qualité et de conformité **SNC PREVOLAB** pour leur collaboration et leur soutien inestimables, en particulier à **Mme KHERFELLAH Soraya** la responsable de laboratoire. Un grand merci pour votre sympathie et votre accueil.*

*Nous souhaitons également exprimer notre reconnaissance envers les membres du jury ; la présidente **Mme GUEMGHAR Hayat** et l'examinatrice **Mlle ISSADI Ouarda** pour l'intérêt qu'elles ont manifesté envers notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

Nous n'oublions pas de remercier tous nos enseignants, dont les contributions ont été essentielles à notre formation.

Ces remerciements ne seraient pas complets sans remercier tous les membres de nos familles pour leur soutien indéfectible, ainsi qu'à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

MERCI à tous



Dédicace

Je dédie cet humble travail ;

A ma tendre maman que j'aime, pour qui tous les mots de remerciements seraient insuffisants ;

A la mémoire de mon père, que dieu l'accueille dans son vaste paradis ;

A mes chères sœurs Saida, Karima, Khadidja et Zeyneb, ainsi que leurs maris ;

A mon cher frère Hocine et sa femme Ouassila ;

A mes deux chers frères à l'étranger Farid et Brahim ;

A mes neveux et nièces que j'adore beaucoup ;

A toute ma famille ;

A tous mes amis(es) ;

A ma binôme Meriem Imene et toute la famille Mansouri ;

Et à tous ceux qui j'aime, et à tous ceux qui m'aiment ;

Sara.

Dédicace



A l'aide de DIEU, le tout puissant ce travail est achevé

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers **parents**, à qui je ne trouve pas assez de mots pour exprimer ma gratitude pour leurs sacrifices et leurs encouragements. Ils ont toujours veillé sur moi, et je n'oublierai jamais tout ce qu'ils ont fait pour moi.

Leur amour et leur soutien me comblent de bonheur.

Merci d'être toujours là pour moi.

Que Dieu les protège et les garde en bonne santé.

A mes **frères** et leurs **femmes** et leurs **enfants**.

A **toute ma famille** sans oublier personne.

A ma **collègue** Sara et sa famille.

A tous mes **amis(es)**.

Meriem Imene.

Table des matières

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
INTRODUCTION	1
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
CHAPITRE I : Les agrumes	
I.1. Généralités sur les agrumes.....	2
I.1.1. Appelation, origine et historique	2
I.1.2. Classification botanique	2
I.1.3. Production mondiale et Algérienne	4
I.1.4. Composition chimique des agrumes.....	5
I.2. Description des fruits étudiés	5
I.2.1. <i>Citrus aurantium</i> (Orange amère)	5
I.2.2. <i>Citrus limetta risso</i> (citron doux)	6
I.3. Transformation des agrumes	8
I.4. Composition chimique des écorces d'agrumes	8
CHAPITRE II : Boissons et aliments fonctionnels	
II.1. Généralités sur les boissons	9
II.1.1. Définition	9
II.1.2. Types de boissons.....	9
II.1.2.1. Boissons non-alcoolisées	9
II.1.2.2. Boissons alcoolisées	9
II.1.3. Composition nutritionnelle d'une boisson	9
II.1.4. Technologie des boissons.....	10
II.2. Les aliments fonctionnels	10
II.2.1. Définition d'un aliment fonctionnel	10
II.2.2. Effets des aliments fonctionnels sur la santé.....	11
II.2.2.1. Perspectives scientifiques	11
II.3. Généralités sur les boissons fonctionnelles.....	11
ETUDE EXPERIMENTALE	
CHAPITRE I : Matériel et méthodes	
I.1. Matériel végétal.....	13
I.1.1. Méthodologie de préparation et de séchage des écorces d'agrumes	14
I.1.2. Analyses de la poudre des écorces d'agrumes	15

I.1.2.1. Détermination des propriétés physico-chimiques	15
I.1.2.2. Détermination des propriétés phytochimiques.....	22
I.1.2.3. Détermination des activités antioxydantes des poudres d'écorces	25
I.2. Formulation de la boisson à base de poudre d'agrumes	29
I.2.1. Ingrédients utiliser pour la formulation de la boisson	29
I.2.1.1. Dosage des composés phytochimiques du nectar et des jus utilisés.....	30
I.2.2. Préparation des boissons.....	30
I.2.3. Analyses de la boisson formulée	31
I.2.3.1. Analyses physicochimiques	31
I.2.3.2. Analyses phytochimiques	33
I.2.3.3. Analyses de qualité microbiologiques	33
I.2.3.4. Evaluation sensorielle	36
I.3. Analyse statistique	37

CHAPITRE II : Résultats et discussion

II.1. Analyses des matières premières	38
II.1.1. La poudre des écorces d'agrumes	38
II.1.1.1. Propriétés physicochimiques	38
II.1.1.2. Propriétés phytochimiques	43
II.1.1.3. Activité antioxydante.....	48
II.1.2. Le nectar et les jus utilisés.....	54
II.2. Analyses des boissons formulées.....	54
II.2.1. Analyses physicochimiques	54
II.2.2. Analyses phytochimiques.....	59
II.2.3. Activités antioxydantes	64
II.2.4. Analyses microbiologiques	66
II.2.5. Analyses sensorielles.....	68
CONCLUSION	73

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES

Liste des abréviations

FAOSTAT : Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database

EST : Extrait Sec Total

DPPH : 1,1- diphényl-2-picrylhydrazyl

ABTS : 2, 2 azinobis-3-ethylbenzthiazoline-6-sulphonic acid

AFNOR : Association Française de Normalisation

BG : Boissons Gazeuses

ED : eau distillée

N : la normalité

EAG : Equivalent d'acide gallique

EQ : Equivalent en Quercétine

ANOVA : Analyse de la variance (Analysis Of Variance)

ISO : Organisation internationale de normalisation

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne

Liste des figures

Figure 1 : Classification des agrumes et origine génétique des Citrus cultivés	3
Figure 2 : Quantité de production d'agrumes (moyenne 2015-2022).....	4
Figure 3 : Planche botanique du citrus aurantium L.	6
Figure 4 : Limonette de Marrakech	7
Figure 5 : Photographie de l'échantillon d'orange.....	14
Figure 6 : Photographie de l'échantillon de citron.....	14
Figure 7 : Photographie résume l'ensembles des étapes à suivre pour la préparation de la poudre d'orange comme exemple.....	14
Figure 8 : Extraction des protéines	19
Figure 9 : Dosage des protéines par la méthode de Biuret.....	19
Figure 10 : Dosage de la matière grasse.....	20
Figure 11 : Dosage des fibres	21
Figure 12 : Dosage des polyphénols totaux	22
Figure 13 : Dosage des flavonoïdes.....	23
Figure 14 : Dosage des flavonols	24
Figure 15 : Détermination du pouvoir réducteur.....	26
Figure 16 : Détermination d'activité antiradicalaire DPPH ⁺	27
Figure 17 : Détermination de l'activité antiradicalaire ABTS ^{·+}	28
Figure 18 : Détermination de la capacité antioxydante globale par le test au phosphomolybdate d'ammonium	29
Figure 19 : Photographies des ingrédients utiliser pour la formulation	29
Figure 20 : Les étapes de préparation des boissons formulées.....	30
Figure 21 : La rétention d'eau des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux.....	38
Figure 22 : La solubilité des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux	39
Figure 23 : Teneur en composés phénoliques totaux des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux.....	43
Figure 24 : Teneur en flavonoïdes des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux	44
Figure 25 : Teneur en flavonols des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux	45

Figure 26 : Teneur en tanins des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux	46
Figure 27 : Teneur en caroténoïdes des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux	48
Figure 28 : Pouvoir réducteur des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux.....	49
Figure 29 : Pourcentage d'inhibition du radical DPPH ⁺ des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux.....	50
Figure 30 : Pourcentage d'inhibition du radical ABTS ^{•+} des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux.....	52
Figure 31 : La capacité antioxydante globale par le test au phosphomolybdate d'ammonium des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux.....	53
Figure 32 : Teneur en polyphénols totaux des différentes boissons formulées.....	60
Figure 33 : Teneur en flavonoïdes des différentes boissons formulées.....	60
Figure 34 : Teneur en flavonols des différentes boissons formulées	61
Figure 35 : Teneur en tanins des différentes boissons formulées.....	62
Figure 36 : Teneur en caroténoïdes des différentes boissons formulées	62
Figure 37 : Pourcentage d'inhibition du radical DPPH ⁺ des différentes boissons formulées	64
Figure 38 : Pourcentage d'inhibition du radical ABTS ^{•+} des différentes boissons formulées	65
Figure 39 : Pouvoir discriminant par descripteur	69
Figure 40 : Coefficient des modèles des six boissons témoin négatif (E100) et additionnées des écorces d'oranges et de citron (E150, E200, E300, E400 et E500).....	70
Figure 41 : Paramètres de préférence	72

Liste des tableaux

Tableau I : Production de quelques espèces d'agrumes en Algérie en 2022	4
Tableau II : Composition chimique des poudres d'écorces de deux échantillons d'agrumes (bigarade et citron doux).....	40
Tableau III : Analyses physicochimiques des boissons formulées	55
Tableau IV : Résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées à t=0 jours stockées sous réfrigération à 4°C	66
Tableau V : Pouvoir discriminant par descripteur	69
Tableau VI : Moyennes ajustées par produit.	71

INTRODUCTION

Introduction

Les agrumes sont des fruits universellement populaires, appréciés pour leurs saveurs, arômes et bienfaits santé (**Choi et al., 2007**). Leur production a augmenté pour répondre à une demande croissante, les consommateurs étant de plus en plus conscients de leur valeur nutritionnelle (**Othman & Fadzil, 2021**). Ces fruits peuvent être consommés frais (**Ollitrault & Navarro, 2012**) ou utilisés dans la fabrication de divers produits alimentaires comme les boissons, conserves et confitures (**Cai, Tian, Qin, & Ogawa, 2020**). Leur large cultivation et leur popularité en font une culture fruitière majeure au niveau mondial.

La transformation des agrumes implique plusieurs étapes de traitement, générant ainsi une grande quantité de sous-produits (la peau, la pulpe, les graines et le marc) représentant environ 55% à 60% de la masse du fruit entier (**Panwar, Saini, Panesar, & Chopra, 2021**).

Au cours du dernier siècle, les industries ont été disposées à convertir les déchets d'agrumes (principalement constitués des écorces) en produits commerciaux à haute valeur ajoutée (**Allaf, Tomao, Besombes, & Chemat, 2013**). Les écorces d'agrumes contiennent différents ingrédients actifs, tels que des fibres alimentaires, de la pectine, des protéines, des pigments, des flavonoïdes et des huiles essentielles (**Wedamulla, Fan, Choi, & Kim, 2022**). Cela les rend intéressantes pour des applications industrielles dans différents secteurs comme le cosmétique, le pharmaceutique, les matériaux écologiques durables ou encore l'alimentation (fabrication d'aliments fonctionnels) (**Panwar et al., 2021**). Donc il est primordial de trouver des façons de les valoriser car leur récupération est devenue une recherche d'un grand intérêt, avec des impacts énormes non seulement pour des raisons économiques mais aussi pour réduire les problèmes environnementaux.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre étude qui est principalement motivée par le désir de valoriser des coproduits issus de l'industrie des agrumes (écorces) pour la fabrication d'une boisson fonctionnelle. Notre manuscrit est subdivisé en deux grandes sections chacune divisée en deux chapitres : la première section est une synthèse bibliographique dont nous avons mis en lumière des généralités sur les agrumes d'une part, et sur les boissons et les aliments fonctionnels d'autre part. La deuxième partie comprend l'étude expérimentale où nous avons présenté d'abord les méthodes et les techniques utilisées au cours de cette étude, et ensuite apporté les différents résultats obtenus et discutés séparément.

**SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE I :

Les agrumes

I.1. Généralités sur les agrumes

I.1.1. Appellation, origine et historique

Les agrumes dont le terme provient de l'ancien français « aigrum », lui-même dérivé du latin médiéval « acrumen » issu du latin « acror », désignent un groupe de fruits acides, amers et âcres de la famille des *Rutacées* et plus précisément d'une des sous-familles, celles des *Aurantioidés*, avec trois genres principaux : *Citrus*, *Fortunella* et *Poncirus* (**Nicole & François, 2013**). Bien que leur origine géographique exacte reste incertaine et entourée de controverses et de légendes, la plupart des chercheurs s'accordent pour dire qu'ils sont originaires des régions tropicales et subtropicales du sud-est Asiatique, avant de se répandre sur d'autres continents (**Nicolosi et al., 2000**).

Le développement des agrumes à travers le monde s'est opérée très lentement. Il a fallu attendre environ le milieu du XII^e siècle pour que des espèces telles que le bigaradier, le citronnier et l'oranger soient introduites dans le bassin méditerranéen, tandis que le mandarinier ne l'a été que vers le XIX^e siècle (**Serra & Ollitrault, 1992**).

I.1.2. Classification botanique

D'après (**Raymond, 1989**), la position systématique des agrumes est présentée comme suit:

Règne : Végétal

Embranchement : Spermaphytes

Classe : *Dicotylédones*

Ordre : Geraniale

Famille : *Rutacées*

Sous-famille : *Aurantioideae*

Tribu : *Citrae*

Sous-tribus : *Citrinae*

Groupe : *Eucitrus*

Principaux genres : *Fortunella*, *Poncirus*, *Citrus*

Les agrumes se répartissent en plusieurs genres dont *Fortunella*, *Poncirus* et *Citrus* sont les trois genres les plus cultivés à travers le Monde (**M'Hiri, 2015**).

Le genre *Fortunella* comprend six espèces, dont seulement deux font l'objet d'une culture mondiale : *Fortunella japonica* et *Fortunella margarita*. Ce genre produit des kumquats, dont la peau est comestible. Le genre *Poncirus* est mono-spécifique, avec une seule espèce, *Poncirus trifoliata*, caractérisée par des feuilles trifoliées caduques et des fruits non comestibles (Antoine, 2013; Khefifi, 2015; M'Hiri, 2015).

Le genre *Citrus* est le plus important, car il regroupe un très grand nombre d'espèces d'une large diversité morphologique y compris la plupart des espèces cultivées et comestibles (les oranges, les mandarines, les citrons, les pomelos) (Khefifi, 2015). Les agrumes appartenant à ce genre sont issus de 4 espèces de base : *Citrus medica* L. (cédratier), *Citrus reticulata* Blanco (mandarinier), *Citrus maxima* L. Osbeck (pamplemoussier) et *Citrus micrantha* (limettier). La combinaison entre ces 4 espèces de base est à l'origine de la diversité phénotypique observée au sein du genre *Citrus* qui est probablement à l'origine des désaccords des taxonomistes rencontré concernant le nombre d'espèces appartenant à ce dernier (figure 1) (Ollitrault & Navarro, 2012). En effet la classification établie par (Tanaka, 1961) élève 156 espèces (la plus utilisée), tandis que celle de (WT, 1967) ne comporte que 16 espèces. Une autre classification a été proposé par Mabberley en 1997 où il regroupe les six genres inter-fertiles des agrumes : *Poncirus*, *Fortunella*, *Citrus*, *Eromocitrus*, *Microcitrus* et *Clymenia* en un seul genre nommé *Citrus* (Mabberley, 1997).

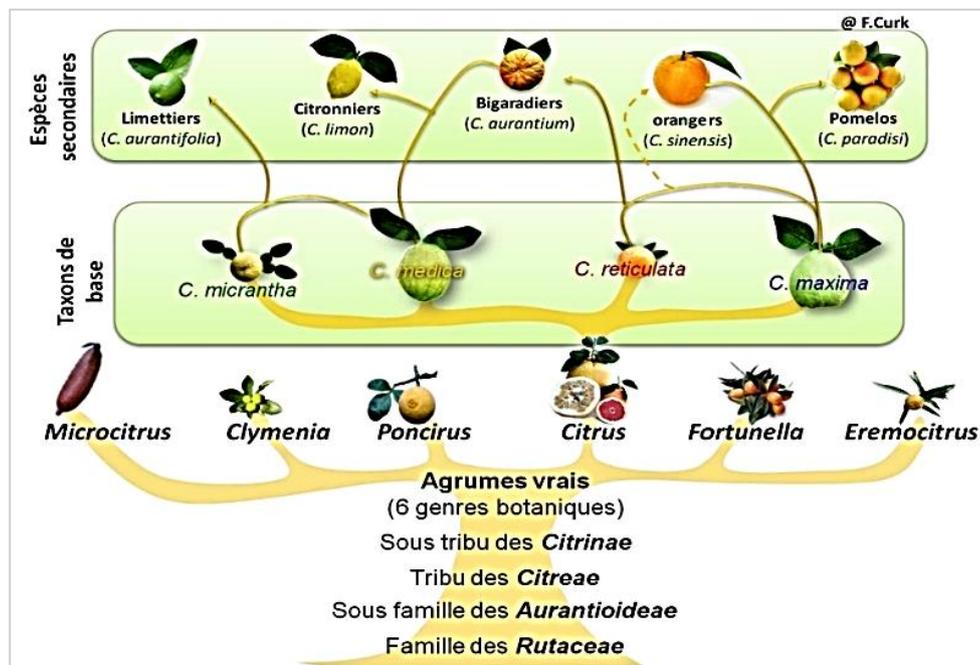


Figure 1 : Classification des agrumes et origine génétique des Citrus cultivés (Khefifi, 2015)

I.1.3. Production mondiale et Algérienne

➤ Dans le monde

Depuis le milieu des années 80, la production mondiale d'agrumes a connu une croissance significative, incluant les oranges, les clémentines, les tangerines, ainsi que les citrons et les limes (Spreen, 2001). Notamment grâce à l'utilisation des techniques modernes de production et de transport qui ont réduit le cout et améliorer la qualité (Labdaoui, 2019).

Selon les données de la (FAOSTAT, 2022), la production mondiale d'agrumes a atteint un total d'environ 14 millions de tonnes sur une superficie récolée de 1504kha en 2022. Cette production est dominée par les oranges. La Chine est arrivée en tête des plus grands producteurs d'agrumes à l'échelle mondiale, suivie par le Nigeria, l'Inde, l'Iran et enfin la Colombie.

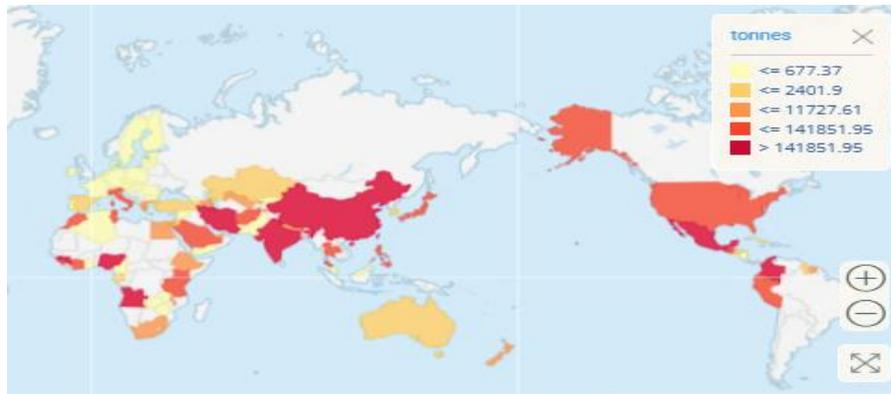


Figure 2 : Quantité de production d'agrumes (moyenne 2015-2022) (FAOSTAT, 2022)

➤ En Algérie

En Algérie, en 2022, la filière des agrumes a enregistré une production d'environ 1,59 millions de tonnes sur une superficie récolée de 456 d'hectares. Les oranges représentent la majeure partie de cette production, suivies par les tangerines, mandarines, clémentines, ensuite les citrons et limes et en dernier lieu les pamplemousses et pomelos (FAOSTAT, 2022). Le taux de production en tonnes de ces espèces citées auparavant est représenté dans le tableau I.

Tableau I : Production de quelques espèces d'agrumes en Algérie en 2022 (FAOSTAT, 2022)

Espèces	Production (tonnes)
Oranges	1209559,96
Citrons et limes	86014,54
Pamplemousses et pomelos	1752,45
Tangerines, mandarines, clémentines	295233,99

I.1.4. Composition chimique des agrumes

Les agrumes présentent une composition variable (**annexe I**). Ils fournissent une quantité modérée d'énergie, environ 25 à 45 calories pour 100g, et sont pauvres en protéines et en lipides. Ils représentent une bonne source de minéraux (calcium, potassium et magnésium), et leur abondance en fibres, notamment en pectine et en fibres insolubles, soutient la santé digestive. Grâce à leur concentration élevée en antioxydants puissants, les agrumes sont bénéfiques pour la prévention des maladies cardiovasculaires et des troubles liés au vieillissement. En saison hivernale, ils sont particulièrement prisés pour leur haute teneur en vitamine C (environ 30 à 55 mg pour 100g) (**Rachel, 2015**), ainsi que par leur apport en vitamines A (rétinol), B3 (nicotinamide), B5 (acide pantothénique), B6 (pyridoxine) et E (tocophérol) (**Souci, Fachmann, & Kraut, 1994**).

I.2. Description des fruits étudiés

I.2.1. *Citrus aurantium* (Orange amère)

Noms communs : Bigarade, orange amère, orange de Séville.

Nom scientifique : *Citrus aurantium* (**Hellal, 2011**).

Citrus aurantium L. est l'un des agrumes appartenant à la famille *Rutaceae*. Il serait un hybride direct entre le pamplemoussier (*citrus maxima*) et le mandarinier (*citrus reticulata*). (**Escartin, 2011; Wu et al., 2014**).

Le bigaradier est un arbrisseau de 5 à 10 mètres de hauteur, résistant au froid jusqu'à -8°C/-10°C et tolérant au calcaire (**Bousbia, 2011**). Ses feuilles vert-brillant ont une faible odeur et un goût amer, elles sont de forme ovales, subaiguës au sommet, avec des pétioles articulés et plus ou moins ailé, elles mesurent environ 8 cm de long et 4 cm de largeur. Les fleurs sont grandes, blanches et très odorantes, pouvant atteindre 25 mm (**Escartin, 2011**).

Le fruit, appelé bigarade, est une baie cortiquée vert-jaune ou rouge-orangé à maturité, avec une peau rugueuse. Il mesure de 7 à 8 cm de diamètre, contient de nombreuses graines et a une chair acide et amère, le rendant impropre à la consommation (**Allais, 2009; Escartin, 2011; Polese, 2008**).



Figure 3 : Planche botanique du *citrus aurantium* L. (Anonyme, 2007)

➤ Utilisations et effets thérapeutiques

La bigarade est utilisée dans divers domaines tels que la parfumerie, la cosmétique, l'agroalimentaire (notamment la confiserie-pâtisserie) et la pharmacie (Bousbia, 2011).

En raison de leur saveur aigre et amère, les bigarades ne sont généralement pas consommées telles quelles, mais plutôt utilisées pour la fabrication de jus et de marmelades, notamment les confitures d'orange amère (Ersus & Cam, 2007). Les huiles essentielles extraites de différentes parties de la plante donnent l'arôme typique d'orange utilisé dans une variété de produits (épices, bonbons et liqueurs) (Bousbia, 2011). Les zestes mûrs et séchés sont souvent utilisés comme arôme dans une multitude de desserts (Abrassart, 2000).

En médecine traditionnelle, les *Citrus aurantium* ont été largement utilisés pour leurs diverses activités biologiques (les soins de la peau, les effets sédatifs et gastriques), anti-inflammatoires et antirhumatismaux (El-Akhal, Guemmouh, Greche, & El Ouali Lalami, 2014; Hadjiakhoondi & Baligh, 2005).

I.2.2. *Citrus limetta* risso (citron doux)

Noms communs : limonette de Marrakech, citron beldi, limoun beldi

Nom scientifique : *Citrus limetta* risso (Anonyme).

Le citron beldi est un agrume emblématique du Maroc, membre de la famille des *Rutaceae*, native d'Afrique du Nord ; appartient au genre : *Citrus*. Et comme il est issu d'une combinaison naturelle entre un cédratier *Citrus medica* L. et un bigaradier *citrus aurantium*, certains botanistes le présente sous l'appellation scientifique de *Citrus medica* var. *limetta* (Anonyme).

La limonette de Marrakech est un arbre fruitier pouvant atteindre 6 -7 mètres de hauteur, ressemblant au citronnier. Il peut être cultivé en pleine terre, en pot ou sous serre, préférant les endroits ensoleillés et abrités du vent. Ses feuilles persistantes dégagent un parfum de bergamote. La floraison principale a lieu au printemps, avec des fleurs pourpre pâle en grappes. Les fruits mûrs sont jaunes, subsphériques avec un mamelon marqué, contrairement aux citrons. Ils sont juteux, acidulés et parfumés, contenant quelques pépins. Cette variété d'agrumes peut supporter des températures jusqu'à -4°C et présente une croissance rapide (Chapot, 1962).



Figure 4 : Limonette de Marrakech (Anonyme, 2021)

➤ Utilisations et effets thérapeutiques

Le citron est un fruit polyvalent, utilisé dans divers domaines :

En cuisine, les citrons sont rarement consommés frais, mais sont très utilisés pour apporter fraîcheur et saveur à de nombreux plats et boissons. Tout le fruit peut être utilisé, que ce soit le jus ou la peau. En plus d'assainir et prolonger la fraîcheur des aliments qui s'oxydent rapidement, les citrons offrent des propriétés antibactériennes (Bousbia, 2011). La limonette de Marrakech intègre spécialités culinaires de Maroc notamment le fameux poulet au citron. Ils sont également parfaits en fruits confits et en marinade (Anonyme).

En cosmétique, le citron est réputé pour ses propriétés astringentes, éclaircissantes et purifiantes (Bousbia, 2011). Et en parfumerie, les sous-produits du citron tels que les écorces rentrent dans la composition de nombreux parfums (Janati, Beheshti, Feizy, & Fahim, 2012).

En médecine, le citron possède de nombreux bénéfices médicaux. Il agit comme un anti-rhumatismal, anti-scorbutique, diurétique, digestif et expectorant. Il présente aussi des activités antidiabétiques, anti-cancérogènes, antibiotiques, anti-inflammatoires et antioxydantes grâce notamment à sa teneur élevée en vitamine C, renforçant ainsi le système immunitaire (Bousbia, 2011).

I.3. Transformation des agrumes

Environ 33% de la production totale d'agrumes est destinée à la production industrielle de jus (**Putnik et al., 2017**), principalement obtenus par le processus de pressage qui consiste à extraire le jus contenu dans les vacuoles des cellules parenchymateuses situées dans le tissu comestible du fruit, et résulte en la formation de 15 millions de tonnes de déchets industriels par an dans le monde. Ces déchets comprennent principalement des résidus générés après le pressage des agrumes comme la peau, la pulpe, le chiffon et les graines, qui peuvent être désignés comme des coproduits en raison de leur richesse en molécules bioactives. Outre les coproduits, ces déchets incluent également des fruits non pressés pour des raisons commerciales, tels que les fruits endommagés, ou pour des raisons réglementaires limitant la production (**Allaf, Tomao, Ruiz, & Chemat, 2013; Mamma & Christakopoulos, 2014; Pradal, 2016**). Ils causent des problèmes économiques et environnementaux importants tels que les coûts de transport élevés, le manque des sites de décharges et l'accumulation de la matière organique (**Wikandari, Nguyen, Millati, Niklasson, & Taherzadeh, 2015**).

I.4. Composition chimique des écorces d'agrumes

La composition chimique des écorces d'agrumes peut varier en fonction de différents facteurs et notamment la variété, de plus dans une même variété la teneur en divers composés est influencée par les conditions climatiques et environnementales (**M'Hiri, 2015**).

Des études récentes ont montré que les écorces d'agrumes sont riches en nutriments et en composés bioactifs tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les huiles essentielles (principalement le D-limonène, l' α -pinène et l' α -terpinolène), les fibres diététiques et les pigments (**Wang, Xu, Yuan, Fan, & Gao, 2015**), essentiellement des caroténoïdes (0,01-0,20 g/100g bs) mais aussi des anthocyanes (dans le cas des oranges sanguines) (**M'Hiri, 2015**).

Ces coproduits contiennent également une quantité importante de sucres solubles (6,52-47,81 g/100g bs), tels que le glucose, le fructose et le saccharose. De plus, ils sont riches en protéines (1,79-9,06 g/100g bs) et en minéraux (2,52-10,03 g/100 bs) selon les études de (**Farhat et al., 2011; Kammoun Bejar, Ghanem, Mihoubi, Kechaou, & Boudhrioua Mihoubi, 2011**). Ils sont riches en minéraux majeurs (Ca, Mg, K, Na) et quelques minéraux mineurs (Zn, Fe, Cu) (**M'Hiri, 2015**), tandis que les lipides sont très peu abondants (de 0,48 jusqu'à 4 g/100g bs) (**Farhat et al., 2011; Kammoun Bejar et al., 2011**).

CHAPITRE II :
Boissons et aliments
fonctionnels

II.1. Généralités sur les boissons

II.1.1. Définition

Le terme « boisson » englobe tout liquide destiné à la consommation humaine, conçus pour hydrater, nourrir, rafraîchir, ou simplement procurer du plaisir. Outre leur rôle vital dans le maintien de l'hydratation et l'apport nutritionnel, les boissons revêtent une importance culturelle et sociale majeure. Que ce soit lors de cérémonies, de repas partagés en famille ou entre amis, et dans les rituels de convivialité à travers le monde, les boissons sont omniprésentes. La diversité des boissons disponibles reflète la richesse des traditions culinaires et des innovations, offrant ainsi un large éventail de saveurs, de textures, et de sensations qui enrichissent notre expérience quotidienne (**Dictionnaire**).

II.1.2. Types de boissons

Selon (**ISO (67.160.20)**), les boissons sont réparties en deux grandes groupes : boissons non-alcoolisées et boissons alcoolisées.

II.1.2.1. Boissons non-alcoolisées

Cela inclut une gamme variée de boissons telles que : les boissons gazeuses (la limonade, le soda et le cola), les jus de fruits (les pur jus, jus de fruits concentrés et déshydratés, les nectars de fruits), les eaux minérales, le thé, le café, et bien d'autres encore (**ISO (67.160.20)**).

II.1.2.2. Boissons alcoolisées

Les boissons alcooliques contiennent principalement de l'alcool éthylique ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), produit par la fermentation du sucre par les levures.

Tout liquide d'origine végétale contenant du sucre (jus de palme, d'orange, de canne à sucre, de raisin, etc.) peuvent subir une fermentation et devenir une boisson alcoolique comme le vin (à partir du jus de raisin), et la bière (à partir de malt ou du maïs fermentés) (**Kalonji, 2014**).

II.1.3. Composition nutritionnelle d'une boisson

La composition et la qualité nutritionnelle des boissons dépendent de leur catégorie (alcoolisée ou non), de leurs ingrédients et de leur finalité (hydratation, apport nutritionnel, etc.).

Les boissons rafraîchissantes sans alcool (BRSA) contiennent principalement de l'eau, ainsi que du sucre, des minéraux, des vitamines et divers additifs alimentaires. Elles contribuent aux apports caloriques, notamment en glucides simples, et aux apports hydriques.

La composition nutritionnelle des jus de fruits varie selon le fruit considéré (**Meunier, 2011**). A titre d'exemple, l'**annexe II** récapitule les compositions moyennes des principaux types de fruits consommés en France, pour un verre de 150 ml de jus.

II.1.4. Technologie des boissons

L'**annexe III** représente le procédé de fabrication des jus de fruits et des boissons gazeuses de la SARL « IFRI ».

II.2. Les aliments fonctionnels

II.2.1. Définition d'un aliment fonctionnel

En générale, les aliments fonctionnels sont des aliments commercialisés comme ayant des avantages spécifiques pour la santé, grâce à des ingrédients développés technologiquement (**Niva, 2007**). Ils sont similaires aux aliments conventionnels mais ont été modifiés pour remplir des rôles physiologiques au-delà de la simple satisfaction des besoins nutritionnels (**M. B. Roberfroid, 2002**). Cependant, la distinction entre les aliments conventionnels et les aliments fonctionnels reste difficile, même pour les experts (**Mark-Herbert, 2004; Niva, 2007**).

Il n'existe pas jusqu'à présent de définition unitaire acceptée pour ce groupe d'aliments (**Alzamora et al., 2005**). Néanmoins, un certain nombre d'autorités nationales, d'organismes universitaires et de l'industrie ont proposé des définitions pour les aliments fonctionnels. Celles-ci vont de simples énoncés, tels que : « Aliments qui peuvent apporter des avantages pour la santé au-delà de la nutrition de base », « Aliments ou produits alimentaires commercialisés avec le message du bénéfice pour la santé » et « Aliments de tous les jours transformés en une bouée de sauvetage potentielle par l'ajout d'un ingrédient magique ». À des définitions très élaborées telles que : « Aliment d'apparence similaire à un aliment conventionnel qui est destiné à être consommé dans le cadre d'un régime alimentaire normal, mais qui a été modifié pour remplir des rôles physiologiques au-delà de la simple satisfaction de besoins nutritionnels » (**M. Roberfroid, 2000**).

II.2.2. Effets des aliments fonctionnels sur la santé

La tendance des aliments fonctionnels est déterminée par la combinaison de la demande des consommateurs et des avancées scientifiques et technologiques. Cette section vise à mettre en lumière les diverses perspectives (**Doyon, Labrecque, & Tamini, 2006**).

II.2.2.1. Perspectives scientifiques

En prenant en compte les bénéfices biologiques attendus des aliments fonctionnels « International Life Sciences Institute » et la « Functional Food Science in Europe » estiment que six aspects sont pertinents en termes de perspectives scientifiques (**Weststrate, Van Poppel, & Verschuren, 2002**) :

- ✓ De la croissance, du développement et de la différenciation ;
- ✓ Du métabolisme des substrats ;
- ✓ De la lutte contre les espèces entraînant des réactions oxydatives ;
- ✓ Du système cardio-vasculaire ;
- ✓ Des fonctions et de la physiologie gastro-intestinale ;
- ✓ Du comportement et fonctions psychologiques et physiques.

Selon (**Weststrate et al., 2002**), la tendance inhérente aux aliments fonctionnels se dirige vers le renforcement des fonctions de l'organisme ou la réduction à long terme des risques de maladies et non le traitement de personnes malades, ceci est en accord avec la définition des aliments fonctionnels adoptée. En d'autres termes, les aliments fonctionnels jouent principalement un rôle préventif plutôt que curatif.

II.3. Généralités sur les boissons fonctionnelles

Une boisson fonctionnelle est une boisson non alcoolisée qui, en plus de permettre au consommateur de s'hydrater, apporte un bénéfice supplémentaire pour la santé. Elles se distinguent par l'ajout d'ingrédients tels que des vitamines, des antioxydants, des protéines de lactosérum, des probiotiques, etc., ou la réduction des niveaux d'ingrédients considérés comme moins sains, comme les graisses et les sucres (**Snr., 2018**).

Ces boissons peuvent être classées en plusieurs catégories. Chaque catégorie offre une combinaison unique d'ingrédients qui cible des besoins spécifiques de santé et de bien-être, offrant ainsi aux consommateurs une gamme diversifiée d'options pour soutenir leur mode de vie actif et équilibré. Voici quelques-unes des catégories les plus populaires :

- Boissons enrichies en vitamines et minéraux : elles fournissent un supplément de nutriments essentiels tels que les vitamines B, C, D et les minéraux comme le calcium et le magnésium pour soutenir la santé globale de l'organisme.
- Boissons énergisantes : formulées pour augmenter l'énergie et améliorer la performance physique et mentale en réduisant le stress et l'anxiété, elles contiennent généralement des ingrédients stimulants tels que la caféine, la guarana et la taurine
- Boissons probiotiques : elles renferment des bactéries bénéfiques pour la santé intestinale telles que les lactobacilles et les bifidobactéries, favorisant une meilleure digestion et renforçant le système immunitaire.
- Boissons hydratantes : conçues pour rétablir l'équilibre électrolytique du corps et favoriser une hydratation optimale, elles sont enrichies en électrolytes comme le sodium, le potassium et le calcium (**Anonyme, 2024**).

Le marché des boissons fonctionnelles connaît une forte croissance, avec une prévision de 306,76 milliards de dollars d'ici 2029, soit un taux de croissance annuel de 7,49% (**Anonyme**).

Cette tendance découle de l'évolution des attitudes des consommateurs, qui ne voient plus les boissons comme de simples désaltérants, mais comme des produits de santé intégrés à leur mode de vie (**Snr., 2018**).

**ETUDE
EXPERIMENTALE**

CHAPITRE I :

Matériel et méthodes

Notre étude expérimentale vise à valoriser les écorces d'orange amère ou bigarade (*Citrus aurantium*) et de citron doux (*Citrus limetta risso*), pour élaborer une boisson fonctionnelle. Cette étude s'est déroulée durant une période allant du début du mois de Mars jusqu'à la fin du mois de Mai 2024, au niveau des laboratoires suivants :

- Laboratoire Biomathématiques Biophysique Biochimie et de Scientométrie (L3BS), où nous avons procédé à la formulation de la boisson.
- Laboratoire SNC PREVOLAB El-Kseur, où nous avons réalisées les différentes analyses (physicochimiques et microbiologiques) passant des matières premières utilisées (poudres d'agrumes, nectar de mangue, jus d'orange et le jus de raisin blanc et citron) jusqu'au produit fini.
- Laboratoire d'analyse sensorielle (bloc 12), département des Sciences Alimentaires, université de Béjaïa, où nous avons réalisé une évaluation sensorielle de la boisson formulée.

Les objectifs de ce travail sont :

- ✓ Valorisation des écorces d'agrumes (orange et citron),
- ✓ Formulation d'une boisson fonctionnelle par l'incorporation des poudres dans la formulation en tant que colorants et antioxydants naturels afin de l'enrichir et comparer la boisson par un témoin,
- ✓ Caractérisation des boissons en déterminant les teneurs en composés phénoliques, l'activité antioxydante, les paramètres physicochimiques (PH, ° Brix, acidité, protéines).

I.1. Matériel végétal

Le matériel végétal ayant fait l'objet de la présente étude est constitué de zestes ou d'écorces d'orange et de citron. Le premier échantillon d'orange (**figure 5**), fruit du bigaradier (*Citrus aurantium*) communément appelée orange amère ayant une taille moyenne, est acheté le mois de Mars 2024 chez la ferme Amezal de la wilaya de Béjaïa (El kseur-Algérie). Et le deuxième échantillon de citron (**figure 6**), fruit du citronnier doux (*Citrus limetta risso*) dit citron doux, est acheté le mois de Février 2024 chez l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne de la wilaya de Skikda (M zej edchiche-Algérie).



Figure 5 : Photographie de l'échantillon d'orange



Figure 6 : Photographie de l'échantillon de citron

I.1.1. Méthodologie de préparation et de séchage des écorces d'agrumes

- a. **Traitements préliminaires :** les deux échantillons (le citron et l'orange) sont d'abord sélectionnés, nettoyés et soigneusement lavés avec de l'eau du robinet, puis avec de l'eau distillée avant d'être épluchés. Les écorces récupérées ont été coupées en petits morceaux d'environ 1 cm de largeur.
- b. **Séchage :** les zestes réduits en dés sont séchés dans une étuve portée à une température de 40°C pendant une durée de 48 heures.
- c. **Broyage et tamisage :** une fois le matériel végétal est séché, les échantillons sont broyés à l'aide d'un broyeur électrique. Les poudres ainsi obtenues sont tamisées à l'aide d'un tamis de 125 µm.
- d. **Stockage et conservation :** les poudres tamisées sont conservées à l'abri de la lumière et l'humidité dans des flacons bien remplis et fermés jusqu'à leurs utilisations.

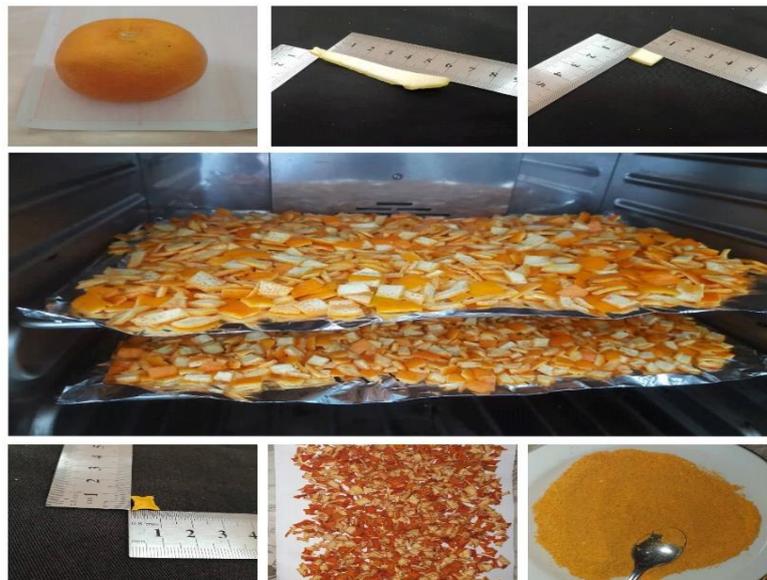


Figure 7 : Photographie résumant l'ensemble des étapes à suivre pour la préparation de la poudre d'orange comme exemple

I.1.2. Analyses de la poudre des écorces d'agrumes

I.1.2.1. Détermination des propriétés physico-chimiques

a. Teneur en matières sèches (ou extrait sec total) et taux d'humidité

La matière sèche (MS) représente la fraction solide d'un échantillon une fois que toute l'eau a été éliminée, généralement par séchage. Tandis que, l'humidité correspond à la quantité d'eau présente dans un échantillon (ISO, 712 : 1985).

- **Mode opératoire**
 - Peser la capsule vide (P_i), et peser dedans 5g de l'échantillon (P_{Ech}),
 - Réaliser un séchage à l'étuve à une température de 103°C pendant 2 heures,
 - Refroidir la capsule dans un dessiccateur, ensuite peser (P_f).
- **Expression des résultats**

$$MS (\%) = (P_f - P_i / P_{Ech}) * 100$$

Avec : P_{Ech} : la masse de l'échantillon (g),

P_i : la masse de la capsule vide (g),

P_f : la masse de la capsule avec l'échantillon séché (g),

MS : matière sèche.

L'humidité est calculée selon la formule suivante :

$$H (\%) = 100 - MS$$

b. Capacité de rétention d'eau

La capacité de rétention d'eau correspond à la quantité d'eau qu'un échantillon peut absorber par unité de poids. Elle est déterminée selon la méthode décrite par **Ang et al. (1988)**.

- **Mode opératoire**

Mélanger 2 g d'échantillons de poudre d'agrumes avec 30 millilitres d'eau distillée contenue dans des tubes de centrifugation de 50 ml. Après un repos de 10 minutes, l'échantillon est centrifugé à 2000 g pendant 15 min dans une centrifugeuse. Ensuite, la solution a été éliminée et le poids du précipité de la poudre humide a été mesuré.

- **Expression des résultats**

Les résultats ont été exprimés en g d'eau retenue/g d'échantillon selon la formule suivante :

$$\text{Capacité de rétention d'eau (g d'eau retenue/g d'échantillon)} = P_C - P_V - P_{Ech}$$

Avec : P_C : poids du tube avec culot après centrifugation,

P_V : poids du tube vide,

P_{Ech} : poids de l'échantillon.

c. Solubilité

La solubilité de la poudre des écorces d'agrumes est déterminée à l'aide de la méthode mise au point par **Eastman and Moore (1984)** et adoptée par **Cano-Chauca, Stringheta, Ramos, and Cal-Vidal (2005)**.

- **Mode opératoire**

L'échantillon de poudre (1g, base sèche) a été soigneusement introduit dans un bol de mélangeur contenant 100 ml d'eau distillée et mélangé à haute vitesse pendant 5 min. La solution a été ensuite placée dans un tube et centrifugée à 3000g pendant 5 min. Une aliquote de 25 ml du surnageant a été transférée dans des boîtes de pétri pré-pesées et immédiatement séchée au four à 105°C pendant 5h.

- **Expression des résultats**

La solubilité de la poudre (%) est déterminée par la différence de poids selon l'expression suivante :

$$\text{Solubilité (\%)} = (P_f - P_c / P_{Ech}) * 100$$

Avec : P_{Ech} : poids de l'échantillon,

P_c : poids de la capsule vide,

P_f : poids de la capsule après séchage.

d. Teneur en matière minérale (taux de cendres)

Les cendres totales sont le résidu de composés minéraux qui subsiste après l'incinération (dans un four à moufle à 550°C pendant 2h) d'un échantillon contenant des substances organiques, qu'elles soient d'origine animale, végétale ou synthétique. Lors de ce processus,

la matière organique se consume, en ne laissant derrière elle que la matière minérale, généralement sous forme de cendres blanches (ISO, 2171 : 1980).

- **Mode opératoire**

La teneur en matières minérales est déterminée par incinération de 0,5 g d'échantillon de poudre d'agrumes dans un four à moufle à 550°C pendant 2 heures. Les creusets contenant les cendres sont transférés par la suite dans un dessiccateur puis pesés après refroidissement.

- **Expression des résultats**

$$MM (\%) = (P_f - P_i / P_{Ech}) * 100$$

Avec : P_{Ech} : poids d'échantillon,

P_i : poids du creuset vide,

P_f : poids du creuset après incinération contenant les cendres,

MM : matière minérale.

e. Teneur en glucides

La méthode utilisée pour le dosage est celle de Bertrand. Le glucose réduit partiellement la liqueur de Fehling présente en excès, formant de l'oxyde cuivreux, visible sous forme d'un précipité rouge brique. La réaction doit se dérouler à chaud et pendant trois minutes à partir de l'ébullition afin d'obtenir un résultat répétable et de pouvoir déterminer la concentration en sucre à partir des tables de correspondance entre la masse de cuivre et la masse de glucose (annexe IV).

Du glucose réagit avec des Cu^{2+} en excès pour produire un précipité rouge brique. L'excès de Cu^{2+} est ensuite éliminé. Ce précipité réagit ensuite avec un excès de Fe^{3+} pour le dissoudre, générant des ions Fe^{2+} . Ces Fe^{2+} sont quantifiés en utilisant une solution de permanganate de potassium ($KMnO_4$) (Anonyme, 2017b).

- **Mode opératoire**

- Préparation des extraits de citron et d'orange : peser 1 g de chaque échantillon dans des ballons, ajouter 100 ml d'éthanol à 80 %, chauffer le mélange sous reflux pendant 1 heure, filtrer et ajuster la solution obtenue (l'extrait) à 100 ml avec l'éthanol à 80 %.
- Réduction des sucres : ajouter 2 ml de HCl (2,2N) à 10 ml de d'extrait, et porter à ébullition dans un bain-marie à 65 °C pendant 45 min et laisser refroidir.

- Dosage des sucres totaux : neutraliser avec NaOH (2N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à un changement de coloration (rouge), ensuite ajuster le volume à 25 ml avec de l'ED
- Test de Fehling : verser dans chaque flacon (10 ml de solution de Fehling A + 10 ml de solution de Fehling B + 10 ml d'échantillon), porter à ébullition les mélanges pendant 3 min. A la fin du chauffage récupérer le précipité (rouge-brique) obtenu par filtration
- Titration du précipité avec KMnO_4 : ajouter 10 ml de solution ferrique à chaque flacon contenant le précipité, et effectuer le titrage avec KMnO_4 (0,01 N) jusqu'à ce que la réaction de neutralisation soit complète (la couleur rose persiste). Le volume équivalent correspond au volume de KMnO_4 utilisé pour titrer la totalité de la solution.

- **Expression des résultats**

$$\text{ST (\%)} = x \times 10^{-3} \times \frac{100}{10} \times \frac{25}{10} \times \frac{100}{ME}$$

Avec : ST : sucres totaux,

ME : masse de l'échantillon (1g).

f. Teneur en protéines

La méthode de biuret est une méthode colorimétrique utilisée pour le dosage des protéines. Les liaisons peptidiques des protéines réagissent avec Cu^{2+} en solution alcaline pour former un complexe coloré dont l'absorbance mesurer à 540 nm. Cette méthode est réalisée grâce aux réactifs de Gornall qui contient du sulfate de cuivre, du tartrate de sodium ou potassium, de l'hydroxyde de sodium, de l'iode de potassium, qui complexe les ions cuivriques et maintient leur stabilité en solution alcaline (**Gornall, Bardawill, & David, 1949**).

- **Mode opératoire**

La méthode d'extraction des protéines est illustrée sur la **figure 8**, tandis que la méthode de dosage est présentée sur la **figure 9**.

➤ **Extraction des protéines**

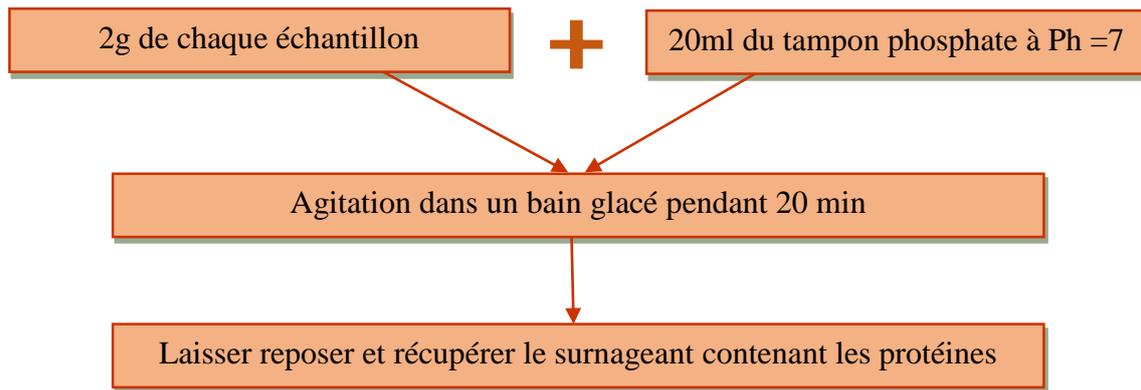


Figure 8 : Extraction des protéines

➤ **Dosage des protéines**

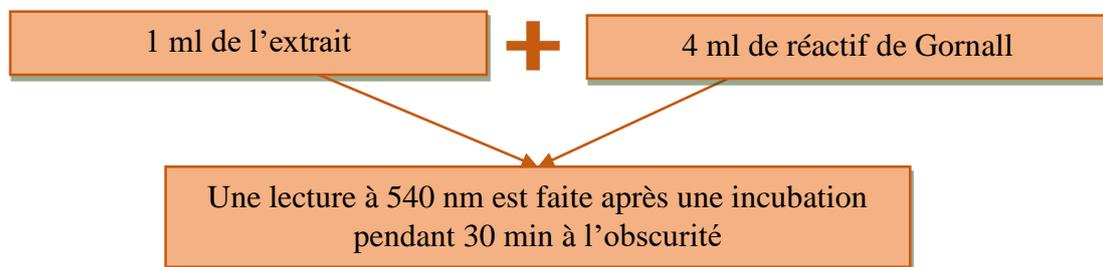


Figure 9 : Dosage des protéines par la méthode de Biuret

- **Expression des résultats**

La concentration en protéines est obtenue par référence à une gamme étalon de sérum albumine bovine (BSA) (**annexe V**). Et les résultats finals sont exprimés en pourcentage.

g. Teneur en matière grasse

Les lipides sont solubles à chaud ou à froid dans les solvants organiques tels que l'éther de pétrole, l'hexane, l'acétone, l'éthanol, etc. La détermination des matières grasses est faite selon la méthode d'extraction par le SOXHLET en utilisant l'hexane comme solvant (AFNOR, 1991).

- **Mode opératoire**

La **figure 10** représente le protocole du dosage de la matière grasse.

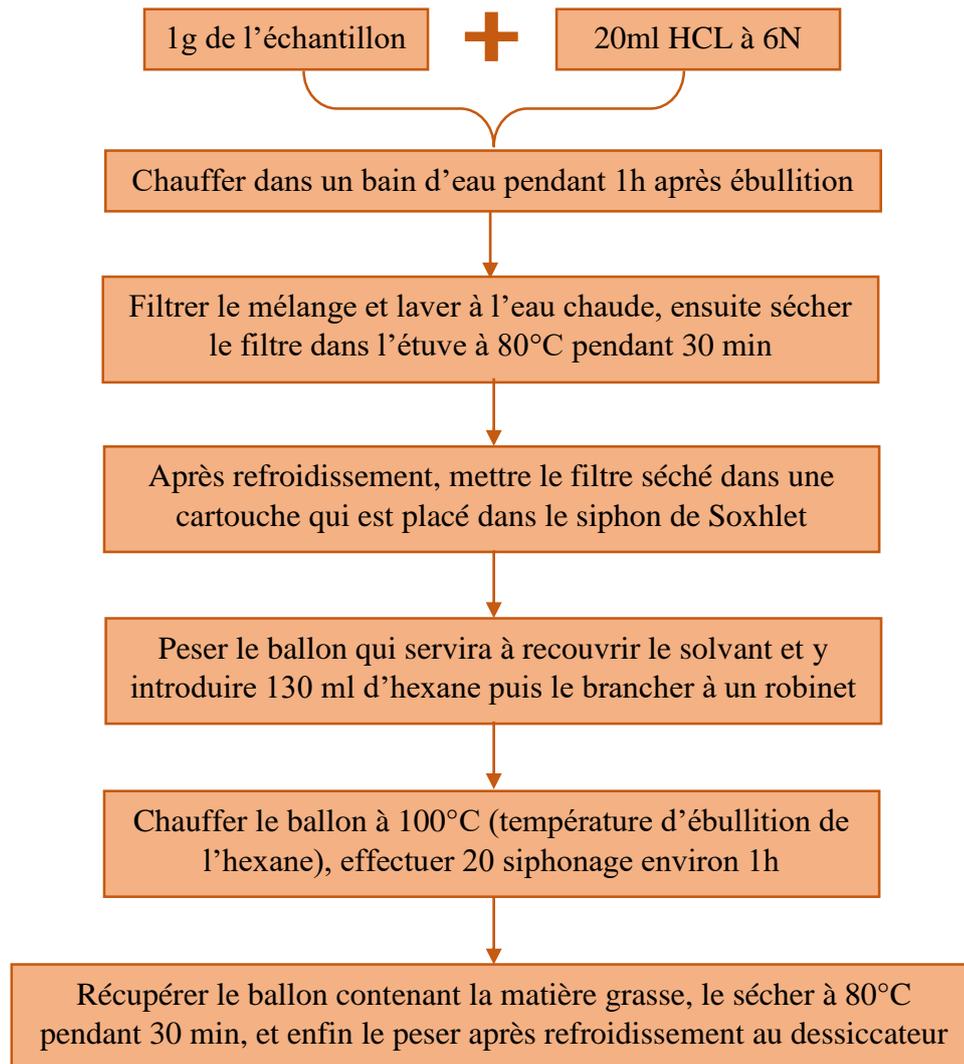


Figure 10 : Dosage de la matière grasse

- **Expression des résultats**

$$MG (\%) = [(P_1 - P_2) / ME] * 100$$

Avec : P_1 : poids du ballon après évaporation,

P_2 : poids du ballon vide,

ME : poids de la prise d'essai,

MG : taux de la matière grasse.

h. Teneur en fibres

Le dosage des fibres, y compris de la cellulose qui est une composante majeure des fibres végétale est effectué selon (ISO, 5498 : 1981).

- **Mode opératoire**

Le protocole expérimental suivi pour le dosage des fibres est illustré sur la **figure 11**.

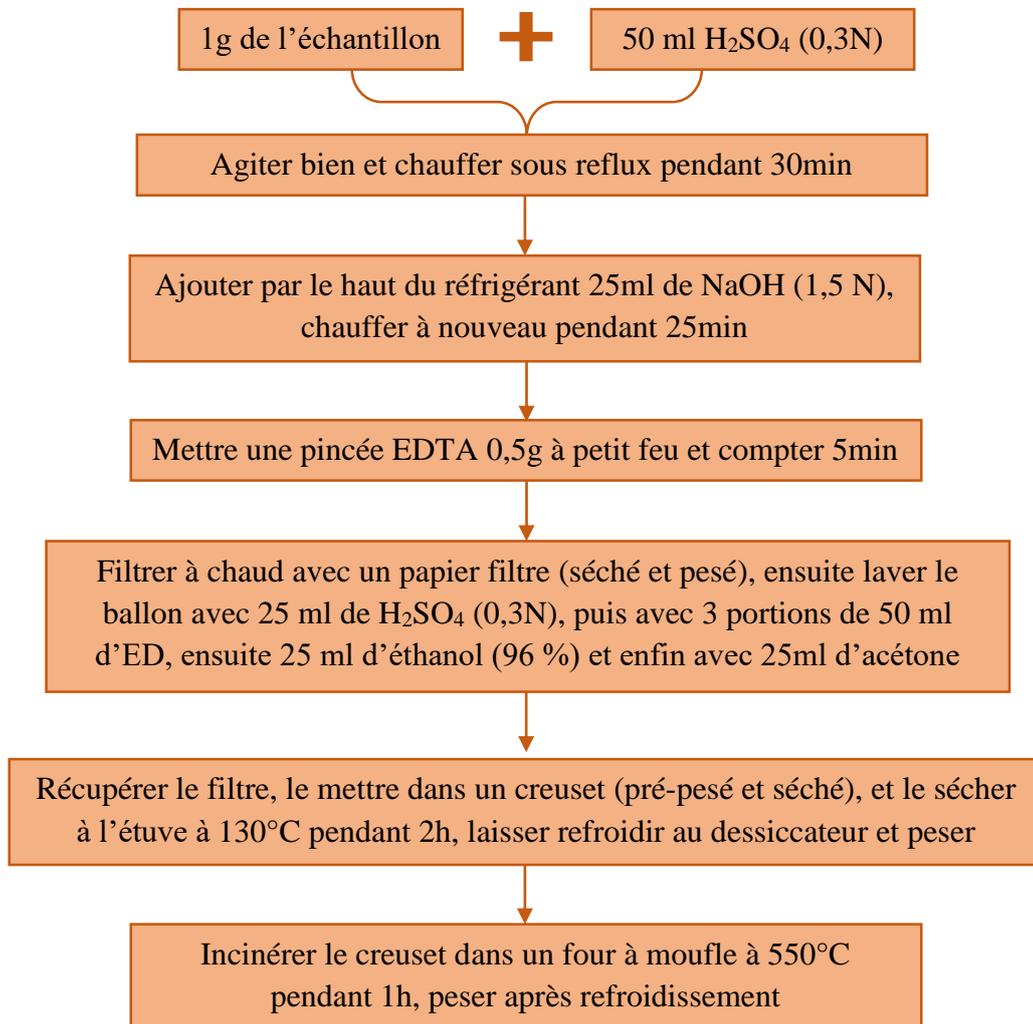


Figure 11 : Dosage des fibres

- **Expression des résultats**

(1) = P (creuset + filtre + échantillon après incinération) – P (creuset vide)

(2) = P (creuset + filtre + échantillon après séchage) – P (creuset vide) – P (filtre)

$$\text{Fibres (\%)} = [(2 - 1) / \text{ME}] * 100$$

Avec : P : poids,

ME : poids de la prise d'essai.

I.1.2.2. Détermination des propriétés phytochimiques

a. Préparation des extraits (extraction par macération à froid) :

Une quantité de 2g de poudre d'agrumes est macérée dans 10ml de méthanol à 80% pendant 1h sous agitation et à une température ambiante. Par la suite, l'extrait obtenu est filtré à l'aide d'un papier filtre. Laver le flacon avec 10ml du méthanol à 80% et agiter pendant 30min, refaire la procédure et à la fin de chaque agitation l'extrait doit être filtré. L'extrait aqueux est récupéré dans un premier temps après filtration est considéré comme étant l'extrait brut à utiliser pour réaliser les différents dosages suivants (sauf pour les caroténoïdes) et aussi pour la détermination des activités antioxydantes des poudres d'écorces :

b. Dosage des polyphénols totaux

Le réactif de folin-ciocalteu, qui est un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique, est réduit lors de l'oxydation des phénols pour former un mélange d'oxydes de tungstène et de molybdène. La coloration bleue produite est proportionnelle à la teneur en phénols totaux et possède une absorption maximale comprise entre 750 nm à 765 nm (Bonnaillie, Salacs, Vassilova, & Saykova, 2012).

Les polyphénols ont été déterminés par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu décrite par Singleton and Rossi (1965), et cité par Talbi, Boumaza, El-Mostafa, Talbi, and Hilali (2015).

- Mode opératoire

La figure 12 indique les étapes du dosage des polyphénols totaux.

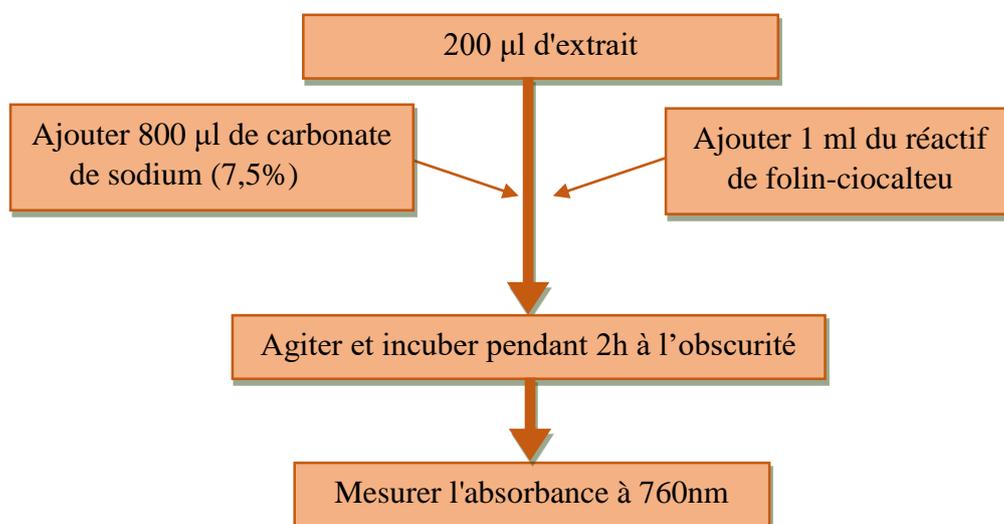


Figure 12 : Dosage des polyphénols totaux

- **Expression des résultats**

La concentration en polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide gallique (**annexe VI**) et exprimée en mg équivalent d'acide gallique / 100 g de matière sèche (mg EAG/100g MS).

c. Dosage des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont caractérisés par la présence d'un groupement hydroxyle (OH) libre en position 5, qui peut former un complexe coloré (jaunâtre) avec le chlorure d'aluminium (AlCl₃) par la chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci se traduit par le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour se lier à deux atomes d'oxygène provenant de la molécule phénolique, qui agit en tant que donneur d'électrons (**Tsao Rong & Li HongYan, 2013**).

- **Mode opératoire**

Le protocole expérimentale suivi est celui décrit par **Ghafar, Prasad, Weng, and Ismail (2010)**, et illustré sur la **figure 13**.

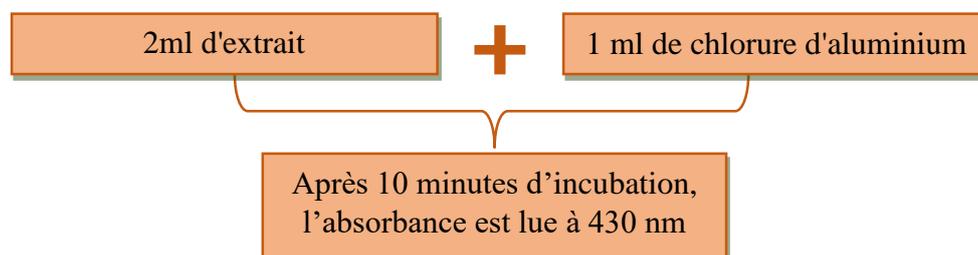


Figure 13 : Dosage des flavonoïdes

- **Expression des résultats**

La quantification des flavonoïdes est faite en fonction d'une courbe d'étalonnage linéaire ($y = ax + b$) réalisée par une solution étalon (Quercétine) à différentes concentrations (**annexe VII**). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent de Quercétine / 100 g de matière sèche de chaque échantillon (mg EQ/100g MS).

d. Dosage des flavonols

La méthode du trichlorure d'aluminium AlCl₃ est utilisée pour quantifier les Flavonols dans les extraits de poudre d'agrume (**Kosalec, Bakmaz, Pepeljnjak, & Vladimir-Knezevic, 2004**).

- **Mode opératoire**

La **figure 14** représente le mode opératoire suivi pour le dosage des flavonols.

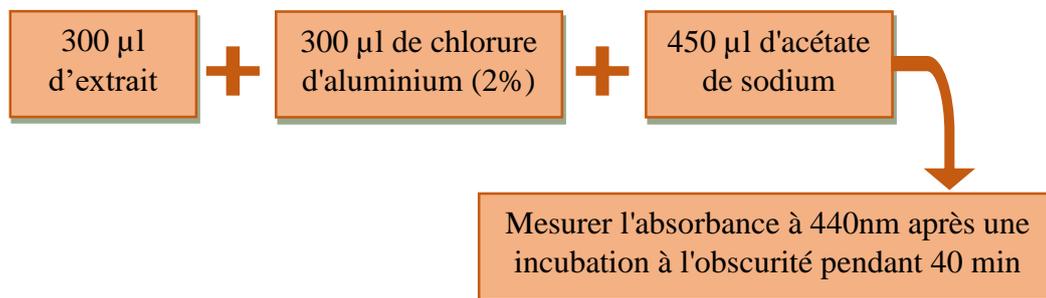


Figure 14 : Dosage des flavonols

- **Expression des résultats**

La concentration des flavonols est déduite à partir d'une gamme d'étalonnage établie avec de la Quercétine (**annexe VIII**). Les résultats sont exprimés en mg équivalent de Quercétine par 100 g de matière sèche (mg EQ/100g MS).

e. Dosage des tanins

La méthode de dosage des tanins est celle proposée par **Ribéreau-Gayon (1968)** adaptée au matériel végétal. Elle utilise la propriété des tanins à se transformer en anthocyanes par chauffage en milieu acide. Les anthocyanes ainsi formés donnent une coloration spécifique à la solution.

- **Mode opératoire**

- 1- D'un côté, 1 ml d'extrait a été dilué avec 500 µl d'eau distillé dont 600 µl du mélange est placé dans un tube, lui ajouter 600 µl d'HCL pur, et mesurer la densité optique à 550 nm.
- 2- Et de l'autre côté, incuber un mélange constitué de (1 ml d'extrait + 500 µl d'eau distillé) à 100°C pendant 30 min, ensuite réaliser un refroidissement rapide à l'eau glacée et ajouter 100 µl d'éthanol à 96 %, et enfin mesurer la densité optique à 550 nm.

Les deux absorbances obtenues sont utilisées pour déduire la teneur en tanins dans les extraits selon l'équation ci-dessous.

- **Expression des résultats**

$$\text{tanins} \left(\frac{\text{mg}}{\text{ml}} \right) = \frac{(\Delta D01 + \Delta D02) * 19,33 * v * \text{dillution}}{\text{masse matériel végétal (g)}}$$

Où : ΔD_{01} : densité optique 1,

ΔD_{02} : densité optique 2,

V : volume d'extraction.

f. Dosage des caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments liposolubles, de couleur jaune à rouge, synthétisés par les plantes phototrophes, présents dans les chloroplastes et dans certains plastes qui colorent les fleurs, les fruits ou les racines (**Annabi, Lachambre, Plouffe, Moundjian, & Béliveau, 2009; Rodriguez-Amaya, 2001; Smaoui-Damak, Rebai, Berthet, & Hamza-Chaffai, 2006**). Il existe deux grandes classes de caroténoïdes : les carotènes et les xanthophylles (**Annabi et al., 2009**).

La méthode utilisée pour la détermination quantitative des caroténoïdes est spectrophotométrique (**Gross, 2012**).

- **Mode opératoire**

0,5 g d'échantillon ont été extraits avec 10 ml de mélange hexane : acétone : éthanol (2 : 1 : 1). Le mélange est laissé sous agitation magnétique pendant 30 min à température ambiante, puis centrifugé pendant 10 min à 3000 t/min. La phase hexanique (contenant les caroténoïdes) est récupérée dans une éprouvette de 5ml et le volume est ajusté avec l'hexane. L'extrait obtenu est utilisé pour le dosage des caroténoïdes par mesure de l'absorbance à 450 nm.

- **Expression des résultats**

La teneur des caroténoïdes est estimée en se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec le β -carotène (**annexe IX**). Les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -carotène par 100 g de matière sèche (mg E β -carotène/100g MS).

I.1.2.3. Détermination des activités antioxydantes des poudres d'écorces

Plusieurs méthodes ont été mises en œuvre, celles adoptées dans ce travail sont :

a. Le pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur se base sur la réaction d'oxydoréduction. Il s'agit de l'aptitude des antioxydants présents dans l'extrait à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) du complexe ferricyanure

en fer ferreux Fe^{2+} . La forme réduite donne une couleur bleu verte proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (**Ribeiro, Barbosa, Queiroz, Knödler, & Schieber, 2008**).

- **Mode opératoire**

La détermination du pouvoir réducteur de nos échantillons est présentée sur la **figure 15**.

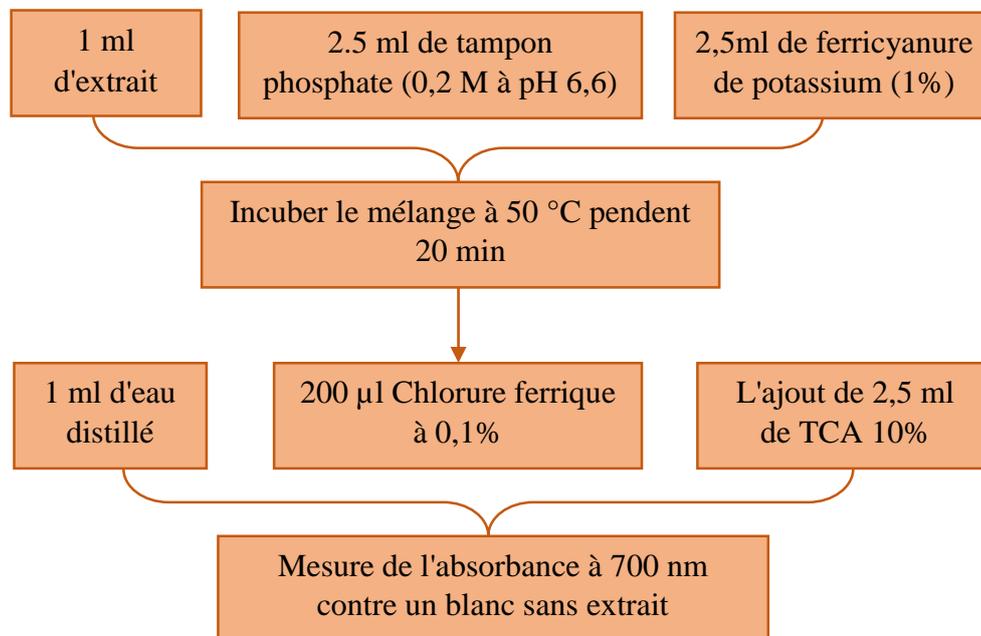


Figure 15 : Détermination du pouvoir réducteur

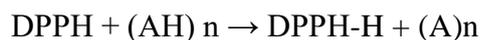
- **Expression des résultats**

Le pouvoir réducteur de chaque extrait est calculé à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire établie avec des concentrations précises d'acide gallique comme standard de référence (**annexe X**). Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique /100g de matière sèche de chaque échantillon (mg EAG/100g MS).

b. Activité antiradicalaire DPPH⁺

Le DPPH (2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle) est un radical stable qui possède un électron célibataire sur l'atome d'azote, caractérisé par une couleur violette et un pic d'absorption spectral maximal à 517nm. En présence d'antioxydant l'électron célibataire devient apparié ce qui conduit à la décoloration de DPPH du violet (forme radicalaire DPPH) au jaune (forme réduite DPPH-H), l'intensité de la couleur apparue est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons. Cette décoloration représente donc la capacité d'échantillon de piéger le radical (**Ramadan, 2010**).

On peut résumer la réaction sous la forme de l'équation suivante :



- **Mode opératoire**

Le protocole suivi est présenté sur la **figure 16** (Bougandoura & Bendimerad, 2013).

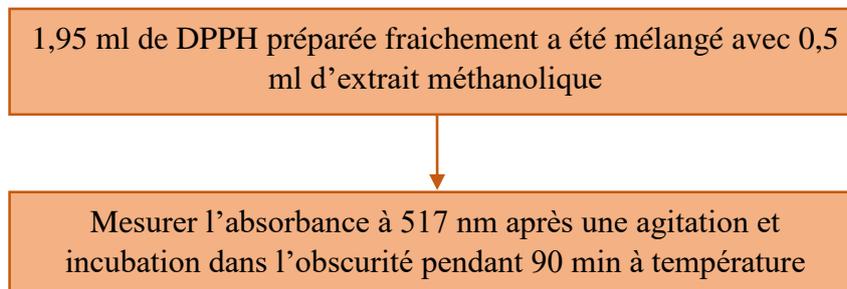


Figure 16 : Détermination d'activité antiradicalaire DPPH⁺

- **Expression des résultats**

Le pourcentage d'inhibition des radicaux dus à la propriété antioxydante des extraits a été calculé en utilisant la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = [(Ac - Ae) / Ac] * 100$$

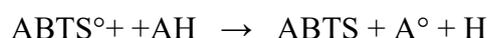
Où : Ac : absorbance de contrôle

Ae : absorbance de l'échantillon.

c. L'évaluation de l'activité antioxydante par le test ABTS⁺

Ce test est basé sur la capacité d'un antioxydant à stabiliser le radical cationique ABTS⁺ de coloration bleu-vert en le transformant en ABTS incolore par piégeage d'un proton par l'antioxydant (Karou, Dicko, Simpore, & Traore, 2005; Osman, Wong, Hill, & Fernyhough, 2006). L'un des radicaux les plus utilisés pour l'évaluation de l'efficacité antioxydante des composés et des mélanges complexes des cations, est le radical dérivé de 2,2'-azino-bis-3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique (ABTS) (Osman et al., 2006).

La décroissance de l'absorbance causée par l'antioxydant reflète la capacité de capture du radical libre. La réaction entre les antioxydants et ABTS⁺ est estimée selon la réaction suivante :



- **Mode opératoire**

Le protocole de ce test est résumé sur la **figure 17**.

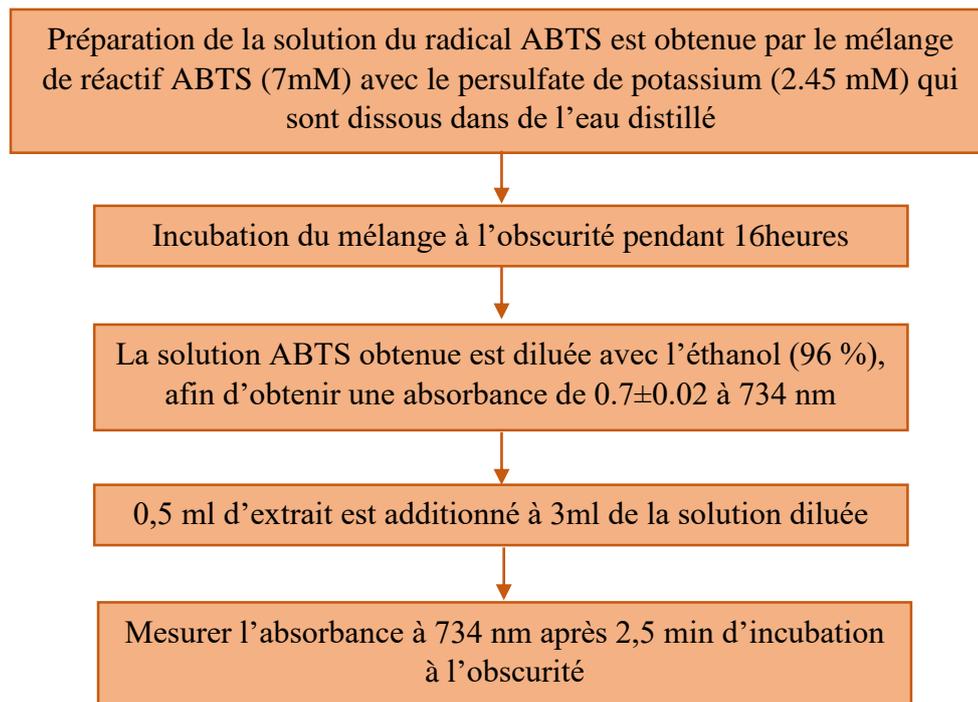


Figure 17 : Détermination de l'activité antiradicalaire ABTS⁺

- **Expression des résultats**

$$\text{Activité anti radicalaire (\%)} = [(Ac - Ae) / Ac] * 100$$

Où : Ac : absorbance de control.

Ae : absorbance de l'échantillon.

d. Le test au phosphomolybdate d'ammonium

Le test du PPM est utilisé pour évaluer la capacité antioxydante globale des échantillons, en se basant sur la capacité des antioxydants présents dans l'extrait à réduire l'ion Mo(VI) en ion Mo(V) (MoO₄²⁻ en MoO₂⁺). Cette réaction conduit à la formation d'un complexe phosphate-Mo(V) de couleur verdâtre dans un environnement acide. L'intensité de cette couleur est directement proportionnelle à la concentration d'antioxydants dans l'échantillon testé. En résumé, le test mesure la capacité des antioxydants à neutraliser les radicaux libres, ce qui se traduit par une augmentation de l'intensité de la couleur verte du complexe formé (Kumar, Shanmugam, Palvannan, & Kumar, 2008; Prieto, Pineda, & Aguilar, 1999).

- **Mode opératoire**

Le protocole expérimental est celui décrit par Kumar et al. (2008), et illustré sur la figure 18.

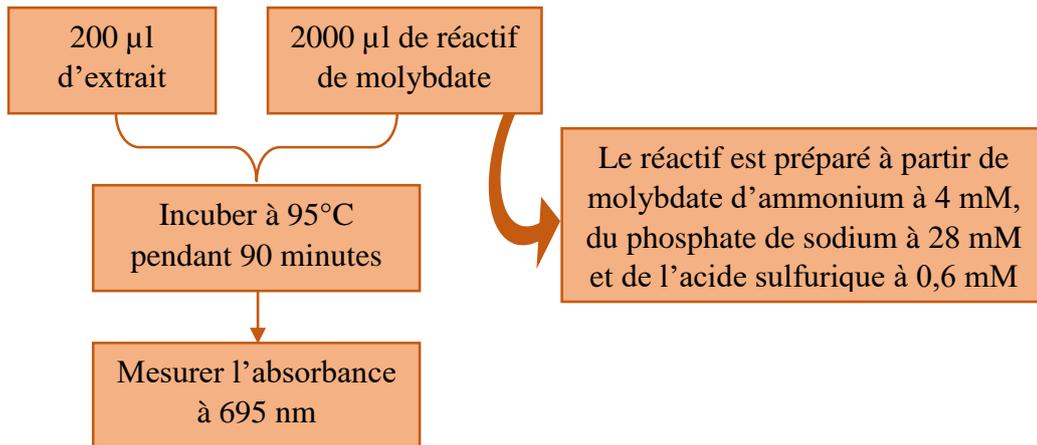


Figure 18 : Détermination de la capacité antioxydante globale par le test au phosphomolybdate d'ammonium

- **Expression des résultats**

Les résultats sont calculés en se référant à une courbe d'étalonnage linéaire établie avec des concentrations précises d'acide ascorbique comme standard de référence (**annexe XI**). Les résultats sont exprimés en pourcentage.

I.2. Formulation de la boisson à base de poudre d'agrumes

I.2.1. Ingrédients utiliser pour la formulation de la boisson

- Poudres d'écorces d'agrumes (citron et orange) : nous avons préparé nous-mêmes les poudres (**figure 19**), qui ont ensuite été soumises à une série d'analyses pour évaluer leurs propriétés et leur composition physico-chimique, comme indiqué précédemment.
- Nectar et jus : le nectar et les deux jus (**figure 19**) utilisés dans la formulation sont tous été achetés dans une supérette située à Béjaïa. Ils présentent une diversité de saveurs, et de compositions, comme détaillé dans l'**annexe XII**.



Figure 19 : Photographies des ingrédients utiliser pour la formulation

I.2.1.1. Dosage des composés phytochimiques du nectar et des jus utilisés

Les composés phénoliques totaux, flavonoïdes, flavonols, tanins et caroténoïdes sont dosés selon les protocoles décrits dans les pages de 22 à 25.

I.2.2. Préparation des boissons

Nous avons préparé six boissons, chacune avec une concentration distincte de poudre allant de 0% à 25%, et des volumes de jus spécifiques pour chacun.

Les étapes à suivre dans la formulation des boissons sont illustrées sur la figure 20.

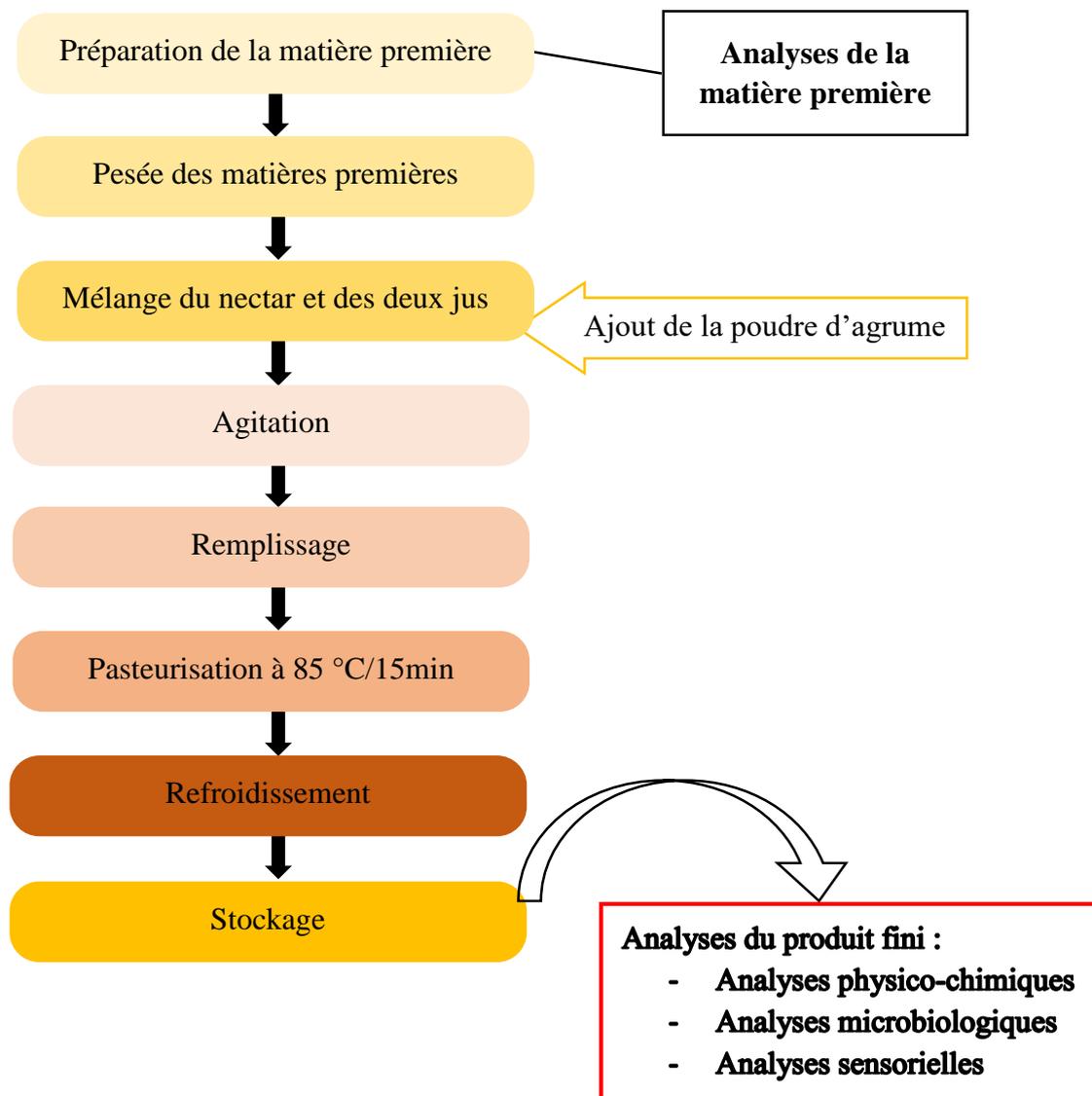


Figure 20 : Les étapes de préparation des boissons formulées

I.2.3. Analyses de la boisson formulée

I.2.3.1. Analyses physicochimiques

a. pH

Le potentiel hydrogène, souvent abrégé en pH, est une mesure de l'acidité ou de la basicité d'une solution. Il représente la concentration en ions H^+ dans cette solution. Sa mesure est souvent effectuée à l'aide d'un pH-mètre, un appareil qui utilise une électrode spéciale pour détecter l'activité des ions H^+ dans la solution.

Pour mesurer le pH d'une solution à l'aide d'un pH-mètre, on plonge l'électrode de l'appareil dans un bécher contenant l'échantillon à tester (à $T=20^{\circ}C$), et on note la valeur affichée sur l'écran une fois la mesure s'est stabilisée (**ISO, 1842 : 1991**).

b. Acidité titrable

Le dosage de l'acidité mesure la capacité d'une solution à réagir avec une base, en utilisant une réaction de neutralisation entre un acide et une base. On ajoute une solution basique de concentration connue à une solution acide jusqu'à l'achèvement de la réaction de neutralisation, souvent détectée par un changement de couleur, grâce à l'utilisation d'indicateurs colorés.

La méthode de dosage consiste à ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine comme indicateur coloré à 20 ml d'échantillon, bien mélanger et immédiatement titrer avec une solution de soude (NaOH) à 0,1 N jusqu'à ce qu'un virage de couleur apparaisse (rose pâle). Noter le volume équivalent de soude utilisée pour titrer la totalité de la boisson (**ISO, 750 : 1998**).

- **Expression des résultats**

$$\text{Acidité (g/l)} = (N_b * V_b * M) / (V_a * P)$$

Avec : N_b : normalité de NaOH (0,1N),

V_b : volume de NaOH utilisé pour le titrage en ml (chute de burette),

M : masse moléculaire de l'acide citrique (192g),

V_a : volume d'échantillon (ml),

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

c. ° Brix

Le terme "° Brix" est utilisé à la fois pour désigner la quantité de sucre dans un liquide et pour décrire la mesure de cette quantité à l'aide d'un réfractomètre. Ce dernier fonctionne en mesurant la réfraction de la lumière à travers un liquide. Pour obtenir la mesure, une goutte de la boisson est placée sur la lentille du réfractomètre. En se rapprochant d'une source lumineuse et en regardant à travers l'oculaire de l'appareil, on peut directement lire la valeur du ° Brix sur l'échelle du réfractomètre, exprimée en pourcentage (%) (ISO, 2173 : 2003).

d. Densité

La densité d'un liquide est souvent mesurée à l'aide d'un densimètre ou d'un pycnomètre. La flottabilité du densimètre varie en hauteur en fonction de la densité du liquide dans lequel il est plongé. Plus la densité du liquide est élevée, plus le densimètre flotte haut. Le protocole à suivre est simple : plonger un densimètre en verre dans l'éprouvette contenant une quantité de 250 ml de la boisson. Une fois l'appareil s'est stabilisé, placer les yeux en face de la graduation et lire la mesure juste au-dessus de la ligne de flottaison ("**International fruit and vegetable juice association**", IFU Method 1A).

e. Extrait sec totale ou matières sèches totales

Revoir le protocole **page 15**.

f. Dosages des glucides

Contrairement au protocole du dosage des sucres dans les poudres d'agrumes précédemment décrits, dans le cas des boissons l'échantillon est directement utilisé sans passer par l'étape de préparation des extraits. Donc on commence directement par l'étape de réduction des sucres (en portant à ébullition 10 g de la boisson + 2 ml de HCl à 2,2N à 65 °C pendant 45 min) et on continue la procédure du dosage comme cité en **page 17 et 18**. Et les résultats seront exprimés en % selon la formule suivante :

$$ST (\%) = x \times 10^{-3} \times \frac{25}{1} \times \frac{100}{ME}$$

Avec : ST : sucres totaux,

ME : masse de l'échantillon (10g).

g. Dosages des protéines, des matières grasses et des fibres

Les protocoles du dosage des protéines, des matières grasses et des fibres sont bien détaillés dans les **pages de 18 à 21**.

I.2.3.2. Analyses phytochimiques

On doit tout d'abord préparer les extraits selon le protocole décrit en **page 22**, ensuite procéder à réaliser les analyses suivantes :

a. Dosages

Les composés phénoliques totaux, flavonoïdes, flavonols, tanins et caroténoïdes sont dosés selon les protocoles décrits dans les **pages de 22 à 25**.

b. Détermination des activités antioxydantes

L'évaluation de l'activité antiradicalaire (DPPH⁺), et l'activité antioxydante par le test ABTS^{·+} sont effectués selon les protocoles décrits dans les **pages 27 à 28**.

I.2.3.3. Analyses de qualité microbiologique

Ces analyses ont été effectuées afin d'assurer aux produits proposés la qualité marchande et hygiénique mettant en cause la santé des consommateurs, et aussi favoriser un bon rendement en permettant de minimiser les pertes dues aux mauvaises conditions de fabrication. Elles consistent à chercher et à dénombrer certaines espèces ou certains groupes de bactéries les plus représentatives.

L'examen microbiologique permet d'estimer la qualité sanitaire des boissons par le suivi de stabilité et le dénombrement bactérien durant la période de stockage (21 jours). Notre analyse microbiologique comporte la recherche et le dénombrement des germes suivants :

a. Recherche et dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM) (ISO, 4833-2 : 2013)

Cette flore représente l'ensemble des microorganismes saprophytes et pathogènes, aptes à se multiplier en aérobiose. Elle regroupe tous les germes : Bacilles ou Cocci, Gram positif ou Gram négatif, pouvant proliférer au sein d'un produit alimentaire.

➤ Principe

Les microorganismes aérobies et aéro-anaérobies facultatifs, peuvent se développer dans un milieu nutritif non sélectif après incubation à 30°C pendant 72 heures. Ainsi des colonies apparaissent sous formes et tailles différentes. Le dénombrement de cette flore nous renseigne sur le degré de contamination de l'aliment et sur l'éventuelle présence de germes pathogènes et donc il reflète la qualité sanitaire du produit.

➤ **Technique**

- Ensemencement : 1ml des dilutions préparés est ensemencé dans la masse du milieu gélosé (GNO : Gélose Nutritive Ordinaire) en surfusion à 45°C – 47°C : suivi par des mouvements circulaires et de va-et-vient en forme « 8 », après solidification l'incubation est réalisée à 30°C pendant 24h à 48h.
- Lecture : dénombrer toutes les colonies qui ont poussé sur la surface de la gélose.

➤ **Expression des résultats**

$$N = \frac{\Sigma C}{V \times d (n1 + 0,1 + n2)}$$

Avec : N : nombre d'unités formant colonies (UFC) par unité de volume d'échantillon,

ΣC : somme totale des colonies retenues sur les boites comptables,

V : volume d'échantillon inoculé,

d : dilution à partir duquel les premiers comptages ont été obtenus,

n1 : nombre de boites retenues dans la première dilution,

n2 : nombre de boites retenues dans la deuxième dilution.

Note : cette formule est valable pour tout dénombrement après ensemencement en masse.

b. Recherche et dénombrement des coliformes en milieu solide

Les coliformes sont des bactéries aérobies et anaérobies facultatives, non sporulées, en forme de bâtonnets, Gram-négatives, présentent une oxydase négative et aussi caractérisées par une réaction positive à la β -D-galactosidase. Ils sont capables de fermenter le lactose et le mannitol avec production de gaz, d'acide et d'aldéhyde (à 37°C pour les coliformes totaux et à 44°C pour les coliformes fécaux) (Divya & Solomon, 2016).

➤ **Principe**

Le but de la recherche et le dénombrement des coliformes totaux et coliformes fécaux est de déterminer si le produit testé contient une contamination fécale (ISO, 4832 : 2006).

➤ **Technique (ISO, 4832 : 2006)**

- Ensemencement : introduire au fond d'une boîte pétrie 1ml des dilutions, ajouter environ 12ml du milieu VRBL en surfusion à 45°C, mélanger, laisser refroidir et

solidifié, ensuite recouvrir avec une 2^{ème} couche de 4ml de gélose laisser solidifié et incubé à 37°C pour les coliformes totaux et à 44°C pour les fécaux pendant 24h à 48h.

- **Lecture** : après incubation toutes les colonies rouges (lactose+) d'un diamètre $\geq 0,5$ mm sont considérées comme étant des coliformes. Dénombrer les boîtes contenant entre 15 et 300 colonies.

c. Recherche et dénombrement des levures et moisissures

Les levures et moisissures sont des champignons microscopiques dont la présence dans les boissons n'est pas souhaitée, ils altèrent leur apparence, leur goût, et réduisent leur durée de conservation (**Guiraud & Galzy, 1980**). Ces champignons se multiplient efficacement dans des environnements acides et frais, leur croissance est moins rapide que celle des bactéries. Les levures, bien qu'elles ne soient pas pathogènes, affectent la qualité marchande, tandis que les moisissures présentent un risque sanitaire en produisant des mycotoxines (**ISO, 21527-2 : 2008**).

➤ **Principe**

Après avoir été introduites dans un milieu contenant un inhibiteur pour toutes les bactéries (en générale un antibiotique, les plus utilisés sont oxytétracycline et chloromphénicol), les levures et moisissures se développent pour former des colonies après une incubation de 3 à 5 jours à 25°C (**ISO, 21527-2 : 2008**).

➤ **Technique (ISO, 21527-2 : 2008)**

- **Ensemencement** : verser dans la masse un volume de 0,2 ml des dilutions dans les boîtes pétries, ajouter la gélose SABAURAUD au chloromphénicol, laisser solidifier et incubé à 25°C pendant 3 à 5 jours.
- **Lecture** : compter le nombre de colonies crémeuses de différente couleur pour les levures et le nombre de colonies de grande taille avec un aspect de moisie pour les moisissures.

d. Recherche et dénombrement des levures osmophiles (ISO, 21527-2 : 2008)

Ce sont des levures capables de se développer en milieu contenant des concentrations élevées en sucre, et elles sont capables de se développer dans un milieu dont l'activité de l'eau (AW) est inférieure ou égale à 0,95.

➤ **Principe**

L'examen se fait un milieu solide ensemencé avec un volume du produit et/ou des dilutions, le milieu utiliser doit contenir une forte concentration en sucre (jusqu'à 70g/l).

➤ **Technique**

- Ensemencement : Verser dans la masse un volume de 0,2 ml du produit et des dilutions, ajouter la gélose HONEY AGAR, mélanger et laisser solidifier et incubé à 25°C pendant 3 à 5 jours.
- Lecture : Compter le nombre de colonies crémeuses de différente couleur.

I.2.3.4. Evaluation sensorielle

L'évaluation sensorielle est une discipline qui englobe diverses techniques visant à mesurer les réponses humaines aux caractéristiques sensorielles des aliments. Son objectif principal est d'obtenir des informations objectives et utiles sur les propriétés sensorielles des aliments, telles que leur apparence, leur odeur, leur goût, leur texture, et leur sonorité. Cette approche permet aux développeurs de produits alimentaires de formuler des produits qui répondent aux attentes des consommateurs en termes de qualité sensorielle. De plus, elle est précieuse pour les chercheurs en alimentation et les gestionnaires qui cherchent à comprendre les préférences des consommateurs indépendamment de facteurs tels que la marque ou d'autres informations externes qui pourraient biaiser leur jugement, dans le but d'optimiser les propriétés sensorielles de leurs produits pour améliorer leur acceptabilité sur le marché (Lawless & Heymann, 2010).

➤ **Déroulement de l'analyse**

Six échantillons de boisson ont été préparés en incorporant nos poudres des deux variétés d'agrumes séchées, un échantillon témoin de la boisson sans poudre a également été inclus, qui a été préparé par le mélange de nectar et des 2 autres jus seulement. Chaque échantillon a été placé dans un petit gobelet et codé comme suit : 100, 400, 200, 500, 300, 150, représentant respectivement des taux d'incorporation de poudre de 0 % (témoin), 5 %, 7,5 %, 10 %, 15 % et 25 %.

Un questionnaire a été élaboré et mis à la disposition du jury composé de 20 personnes de l'université de Béjaïa qui ont eu déjà des expériences d'analyse sensorielle, avec les échantillons préalablement préparé, présentés dans un ordre différent pour chaque membre du jury (Annexe XIII et XIV).

Notre analyse est effectuée dans le laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Béjaïa, un espace bien aéré, et bien éclairé permettant un bon déroulement des différents tests de dégustation. L'objectif principal de l'analyse est de mesurer le plaisir et le déplaisir des consommateurs et connaître leurs préférences par rapport aux six échantillons présentés afin d'obtenir une meilleure formule qui répond mieux aux exigences des consommateurs.

I.3. Analyse statistique

Les différents résultats dans la présente étude, ont été comparé par une analyse descriptive à l'aide du logiciel Microsoft office Excel 2016, les moyennes étant exprimées sous la forme de moyenne \pm écart type, suivi par une analyse de la variance et le test T Student & ANOVA avec le test Tukey. Les données ont été organisées en utilisant le logiciel Minitab version 20.

Les résultats qui portent des lettres alphabétiques différentes, présentent des différences, contrairement à ceux qui portent des lettres identiques. Toutes les données représentent la moyenne de trois essais.

CHAPITRE II :

Résultats et discussion

II.1. Analyses des matières premières

II.1.1. La poudre des écorces d'agrumes

II.1.1.1. Propriétés physicochimiques

a. La capacité de rétention d'eau

La capacité de rétention d'eau représente la quantité maximale d'eau qu'une substance sèche peut absorber et retenir sans subir de contrainte. Elle est considérée comme étant une caractéristique essentielle des fibres alimentaires (**Jeddou et al., 2016**). Les résultats de la capacité de rétention d'eau des écorces d'orange amère et de citron doux sont représenté sur la **figure 21**.

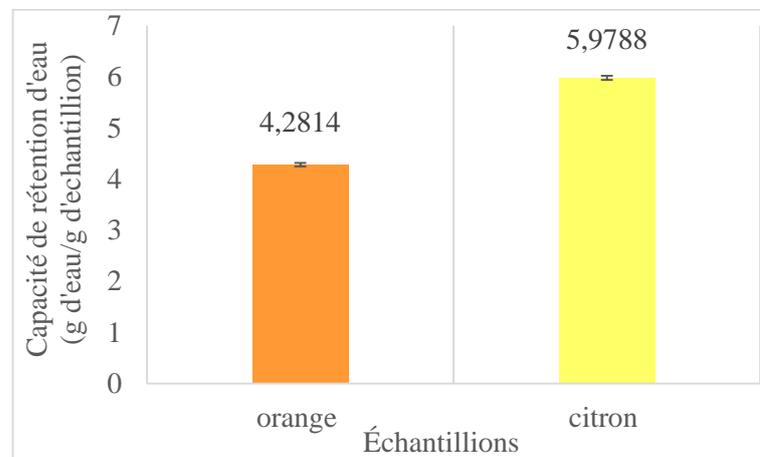


Figure 21 : La rétention d'eau des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique a montré qu'il existe une différence significative entre les deux échantillons analysés ($p < 0,05$).

La poudre d'écorce de citron affiche la plus haute capacité de rétention d'eau, avec une valeur de $5,9788 \pm 0,041$ g d'eau/ g d'échantillon, tandis que la poudre d'écorce d'orange présente une capacité légèrement inférieure, estimée à $4,2814 \pm 0,037$ g d'eau/g d'échantillon. Cela suggère que la poudre de citron a une capacité d'absorption d'eau plus élevée que celle d'orange.

Les résultats de notre étude sur la capacité de rétention d'eau des deux variétés d'agrumes examinées fournissent des informations essentielles sur cette caractéristique fondamentale des fibres alimentaires présentes dans ces écorces.

En comparant nos résultats à une autre étude portant sur la capacité de rétention d'eau de deux variétés d'oranges, Thomson et Sanguine, soumises à différentes températures de séchage menée par **CHABANE, BOUCHOUCHA, BOUIZAR, and BRAHMI (2023)**, nous avons observé une diminution de cette capacité avec l'augmentation de la température de séchage des écorces utilisées. Dans cette étude de référence, la variété Thomson présentait une capacité de rétention d'eau de $6,26 \pm 0,0565$ g d'eau/ g d'échantillon, légèrement supérieurs à celle de la variété Sanguine, évaluée à $6,685 \pm 0,0636$ g d'eau/ g d'échantillon.

Ces valeurs ont été observées à 40°C , mais la capacité de rétention d'eau des deux variétés d'orange reste supérieure à celle de nos échantillons (bigarade et citron).

Cela peut indiquer des différences dans les méthodes de mesure, les conditions expérimentales et même les échantillons utilisés entre les deux études.

b. La solubilité

Les résultats de solubilité des poudres d'écorce d'orange amère et de citron doux sont présenté sur la **figure 22**.

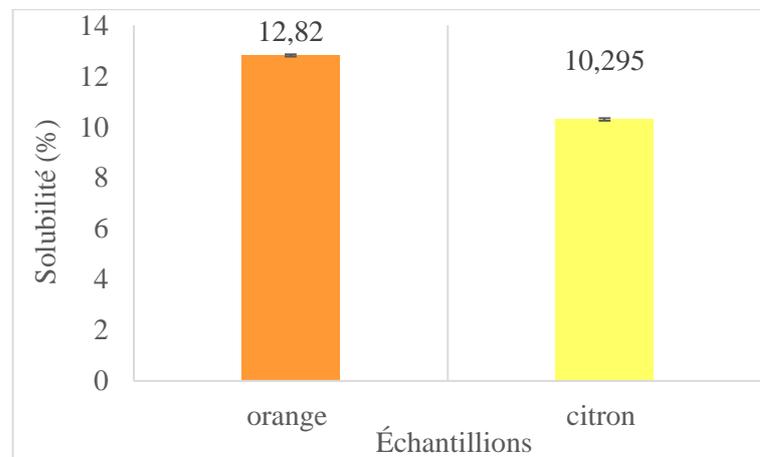


Figure 22 : La solubilité des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique a révélé qu'il n'existe pas de différence significative entre les deux échantillons analysés ($p > 0,05$).

Les poudres d'orange et de citron séchées ont des pourcentages de solubilité de $12,82 \pm 0,042$ % et $10,295 \pm 0,049$ % respectivement, lorsqu'elles sont dissoutes dans l'eau distillée. Ces poudres présentent des solubilités différentes, la poudre d'orange étant légèrement plus soluble que celle de citron.

Ces données sur la solubilité apportent des informations précieuses pour comprendre le mécanisme de dissolution de ces poudres d'agrumes dans l'eau. Cependant, ces résultats sont spécifiques aux échantillons et conditions expérimentales étudiés. Des recherches complémentaires seraient nécessaires pour évaluer la solubilité dans d'autres solvants ou à différentes températures, et pour explorer les facteurs responsables de ces variations, tels que la composition chimique, la granulométrie ou les techniques de séchage.

c. Composition chimique des poudres

Les données précises sur la composition des écorces d'agrumes sont essentielles pour garantir la qualité et la stabilité des produits dérivés. Elles permettent d'optimiser les processus de fabrication afin de répondre aux normes de qualité et de sécurité alimentaire, assurant ainsi la satisfaction des consommateurs et la compétitivité sur le marché. Cette connaissance approfondie de la composition peut également ouvrir de nouvelles opportunités de produits et de marchés pour l'industrie alimentaire.

Le **tableau II** présente une analyse détaillée et essentielle de la composition de la poudre des écorces de deux échantillons d'agrumes étudiés, à savoir la bigarade et le citron doux. Ces données exposent que la composition chimique de la poudre d'écorce peut présenter des variations en fonction du type d'agrumes examiné.

Tableau II : Composition chimique des poudres d'écorces de deux échantillons d'agrumes (bigarade et citron doux)

Paramètres		Poudre d'orange	Poudre de citron
Matières sèches (%)	Avant séchage	69,16 ± 0,480	82,455 ± 0,021
	Après séchage	90,63 ± 0,197	91,525 ± 0,190
Taux d'humidité (%)	Avant séchage	30,84 ± 0,480	17,545 ± 0,021
	Après séchage	9,37 ± 0,197	8,475 ± 0,190
Protéines (%)		1,08 ± 0,056	0,48 ± 0,056
Fibres (%)		6,555 ± 0,049	13,11 ± 0,084
Glucides (%)		29,735 ± 0,063	20,98 ± 0,127
Matière grasse (%)		1,1 ± 0,042	0,83 ± 0,113
Matière minérale (%)		4,83 ± 0,056	3,42 ± 0,028

Concernant la teneur en matière sèche et le taux d'humidité de la bigarade et du citron doux, l'étude statistique a révélé qu'il n'existait pas de différence significative entre les deux

échantillons analysés dans les résultats finaux. Cependant, une différence significative avait été observée dans les résultats initiaux de ces paramètres.

Le tableau II montre que la teneur en humidité de l'écorce de bigarade avant séchage était d'environ $30,84 \pm 0,480$ %, diminuant considérablement à $9,37 \pm 0,197$ % après séchage. De même, l'écorce de citron présentait une teneur en humidité initiale légèrement plus faible de $17,545 \pm 0,021$ %, qui a également diminué après séchage pour atteindre $8,475 \pm 0,190$ %. Ces résultats soulignent la faible teneur en humidité des écorces d'agrumes une fois séchées.

En ce qui concerne la matière sèche, les résultats montrent une tendance inverse à la teneur en humidité. La matière sèche est plus élevée après séchage qu'avant, indiquant que la faible teneur en humidité correspond à une plus grande quantité de matière sèche. Cela rend les écorces d'agrumes potentiellement riches en composés bénéfiques, avec des applications possibles en alimentation, cosmétique ou pharmaceutique.

Les écorces de bigarade ont des teneurs en matière sèche plus faibles que les écorces de citron, aussi bien avant ($69,16 \pm 0,480$ % vs $82,455 \pm 0,021$ %) qu'après séchage ($90,63 \pm 0,197$ % vs $91,525 \pm 0,190$ %).

Comparativement à d'autres études, selon **Egbonu and Osuji (2016)** ont trouvé un taux d'humidité de $9,68 \pm 0,07$ % pour les écorces d'orange douce (*Citrus sinensis*), tandis qu'une étude antérieure faite par **Younis, Islam, Jahan, Kundu, and Ray (2016)** ont rapporté des valeurs de teneur en eau de $10,70 \pm 0,44$ % pour les écorces de Mosambi (*Citrus limetta*) ce qui est significativement plus élevé que nos résultats pour les deux types d'écorces d'agrumes. La teneur en matière sèche est facilement déduite par les résultats présentés précédemment et cela en soustrayant ces teneurs en humidité de 100%. Ainsi nous obtenons des taux de matière sèche de 90,32% pour l'orange douce et de 89,30% pour Mosambi, ces chiffres sont légèrement inférieurs à nos propres résultats.

De même **Bouhadi, Nouani, Benmalek, and Benchabane (2016)** ont signalé une teneur en matière sèche de $90,54 \pm 0,23$ %, inférieure à nos résultats, ce qui implique une teneur en eau équivalant à 9,46 % supérieurs à nos observations.

La teneur en humidité et en matière sèche des écorces d'agrumes est importante pour diverses applications, notamment dans l'industrie alimentaire. Une teneur en eau élevée peut favoriser la croissance de micro-organismes, tandis qu'une teneur en eau plus faible peut contribuer à une meilleure stabilité et à une durée de conservation accrue des produits à base

d'écorces d'agrumes. La connaissance et le contrôle de ces paramètres sont essentiels pour assurer la qualité, la texture et le goût des produits finis (**Lahmari, Fahloul, & Azani, 2012**).

Le tableau II montre des différences dans la composition de la poudre d'écorces entre l'orange douce et le citron. Les écorces d'orange ont des taux plus élevés de protéines ($1,08 \pm 0,056 \%$), de glucides ($29,735 \pm 0,063 \%$), de matière grasse ($1,1 \pm 0,042 \%$) et de matière minérale ($4,83 \pm 0,056 \%$) comparé au citron ($0,48 \pm 0,056 \%$, $20,98 \pm 0,127 \%$, $0,83 \pm 0,113 \%$ et $3,42 \pm 0,028 \%$ respectivement). Cependant, les écorces de citron ont une teneur en fibres plus élevée ($13,11 \pm 0,084 \%$) que celles d'orange ($6,555 \pm 0,049 \%$).

L'analyse statistique a montré des différences significatives entre les deux types d'écorces pour les taux de protéines, de fibres, de glucides et de matière minérale, mais pas de différence significative pour la teneur en matière grasse.

Ces résultats indiquent que les variétés d'agrumes comme la bigarade et le citron doux sont relativement pauvres en protéines et en matières grasses par rapport aux autres composants.

La composition proximale en protéines, fibres, matières grasses et cendres de la poudre de pelure de citron vert Mosambi (*Citrus limetta*) rapportée par **Younis et al. (2016)** est de $5,39 \pm 0,96 \%$, $17,58 \pm 0,55 \%$, $1,58 \pm 0,19 \%$, et $3,39 \pm 0,26 \%$ respectivement. Ces résultats sont proches à celles trouvés dans notre étude pour les écorces de citron doux.

Tandis que les déchets de pelures de l'orange douce (*citrus sinensis*) analysés de manière proximale par **Egbonu and Osuji (2016)** contenaient des cendres ($4,89 \pm 0,06 \%$), des matières grasses ($6,27 \pm 0,06 \%$), des fibres ($13,99 \pm 0,06 \%$), des protéines ($11,00 \pm 0,10 \%$) et ($54,17 \pm 1,09 \%$) de carbohydrates. Aussi une autre étude menée par **Ahmed et al. (2016)** a démontré que la composition chimique d'une variété d'orange est de cendres ($7,39 \%$), matières grasses ($1,85 \%$), fibres ($7,8 \%$), sucre total ($14,08 \%$). Parmi tous ces résultats seulement celles de fibres, matière grasse cités par **Ahmed et al. (2016)** et les cendres citées par **Egbonu and Osuji (2016)** qui sont proche à nos résultats d'échantillon de bigarade si non pour le reste sont un petit peu loin.

Les variations dans la composition chimique des écorces d'agrumes s'expliquent par divers facteurs, notamment la diversité variétale, les conditions de culture (climat, sol) et les pratiques post-récolte (conservation, stockage). Tous ces paramètres influencent les teneurs en protéines, glucides, fibres, matières grasses et minéraux des écorces d'orange et de citron.

En bref, la composition des agrumes dépend de facteurs variétaux, agronomiques et technologiques (Correia, Loro, Zanatta, Spoto, & Vieira, 2015; Dias, Camões, & Oliveira, 2009; Rodriguez-Amaya, 2001).

Il est donc crucial de tenir compte de tous ces facteurs lors de l'interprétation des données sur la composition chimique des agrumes afin d'obtenir une compréhension précise et fiable de leur profil chimique.

II.1.1.2. Propriétés phytochimiques

a. Teneur en composés phénoliques totaux

Les concentrations en polyphénols des extraits de poudre d'orange et de citron présentent des différences significatives ($p < 0,05$). Les données relatives aux niveaux de polyphénols pour les deux extraits sont présentées sur la **figure 23**.

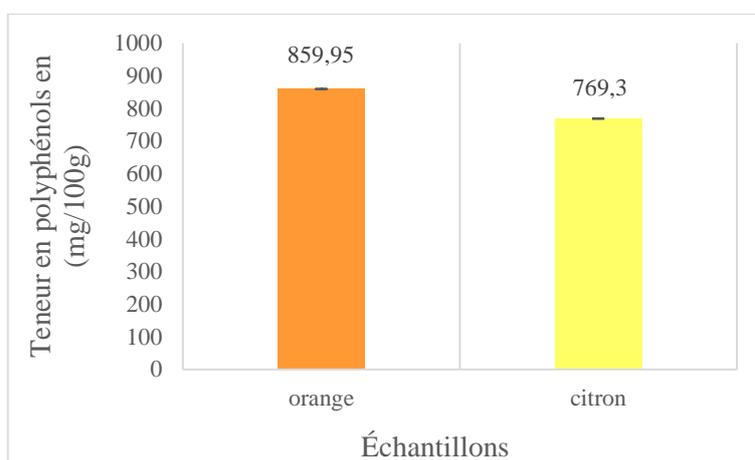


Figure 23 : Teneur en composés phénoliques totaux des poudres d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

A partir des résultats obtenus pour les teneurs en polyphénols de la poudre d'écorces d'orange amère et de citron doux, il est évident de dire que les écorces d'orange amère sont plus riches en composés phénoliques. Leur teneur est de $859,95 \pm 0,070$ mg/100g de MS, comparée à celle de la poudre des écorces de citron, qui est de $769,3 \pm 0,014$ mg/100g de MS.

Selon les conclusions de **Lagha-Benamrouche and Madani (2013)**, la concentration en polyphénols dans les écorces de bigarade était nettement supérieure à celle observée dans notre étude, s'élevant à $3162 \pm 0,88$ mg/100g de MS. De même l'étude de **Ghasemi, Ghasemi, and Ebrahimzadeh (2009)**, sur la même variété a rapporté une concentration en polyphénols de 22320 mg/100g ce qui est largement supérieur de nos résultats.

Dans une étude distincte menée par **Makni, Jemai, Kriaa, Chtourou, and Fetoui (2018)** sur le citron doux beldi, la même variété que celle utilisée dans notre recherche, une concentration en polyphénols dans les écorces de cet agrume a été mesurée à 20440 ± 09.62 mg/100g, une valeur nettement plus élevée que la nôtre.

La variabilité des niveaux de polyphénols totaux entre les résultats de diverses études et ceux de la présente recherche s'explique par la complexité de leur extraction, ces composés étant sensibles à la dégradation, l'oxydation et l'hydrolyse. Divers facteurs peuvent influencer leur quantification, tels que la variété des plantes, les méthodes de conservation des extraits, les conditions environnementales et le stade de maturité des fruits (**Balasundram, Sundram, & Samman, 2006; Lagha-Benamrouche & Madani, 2013; Li, Smith, & Hossain, 2006**).

De plus, le réactif Folin-Ciocalteu utilisé pour estimer la teneur totale en polyphénols n'est pas spécifique et peut interagir avec d'autres composés non-phénoliques, entraînant une surestimation de la quantité de polyphénols (**D. Huang, Ou, & Prior, 2005; Li et al., 2006**).

b. Teneur en flavonoïdes

La **figure 24** illustre les variations de la teneur en flavonoïdes des extraits de poudre d'écorce d'orange amère et de citron doux.

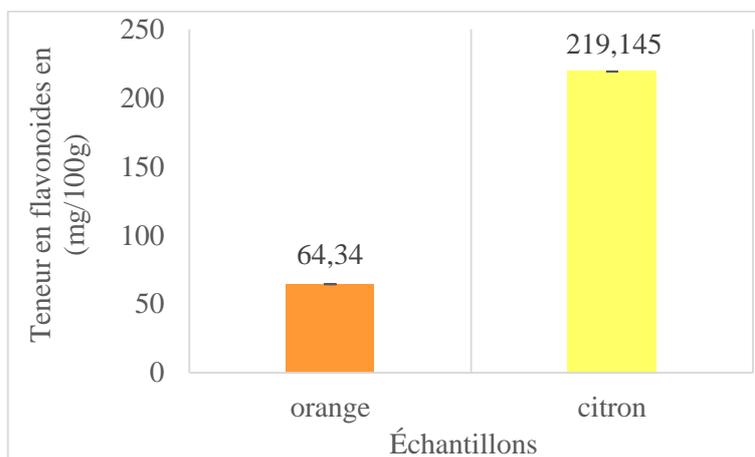


Figure 24 : Teneur en flavonoïdes des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique a démontré une différence significative entre les écorces des deux agrumes étudiés ($p < 0,05$)

La différence de richesse en flavonoïdes entre les écorces de citron et celles d'orange est clairement illustrée dans le graphique, avec une concentration mesurée à $219,145 \pm 0,021$ mg/100g de MS pour les écorces de citron, tandis que celle des écorces d'orange est nettement moindre, évaluée à $64,34 \pm 0,056$ mg/100g de MS.

Les résultats obtenus sur la teneur en flavonoïdes des écorces d'agrumes varient selon les études. Par exemple, pour l'écorce de citron (*citrus limon*), les valeurs rapportées sont similaires aux nôtres ($220 \pm 0,10$ mg/100g MS) (Tajer, Siddiqi, Prakash J, Prakash, & SN, 2019), mais une autre étude a mesuré une teneur bien plus élevée ($2750 \pm 06,88$ mg/100g MS) (Makni et al., 2018).

De même, pour l'écorce de bigarade, les teneurs varient de $117 \pm 0,01$ mg/100g MS (Lagha-Benamrouche & Madani, 2013) à 770 mg/100g MS (Ghasemi et al., 2009). Les deux résultats qui dépassent ceux trouvés dans notre propre étude.

Cette variabilité s'explique par des facteurs tels que l'origine génétique, le degré de maturation, les méthodes de conservation et d'extraction utilisées (Klimczak, Malecka, Szlachta, & Gliszczynska-Swiglo, 2007; Lu, Zhang, Bucheli, & Wei, 2006; Vanamala, Reddivari, Yoo, Pike, & Patil, 2006).

c. Teneur en flavonols

Les résultats des teneurs en flavonols des deux échantillons d'agrumes exprimées en mg/100g sont présentés sur la **figure 25**.

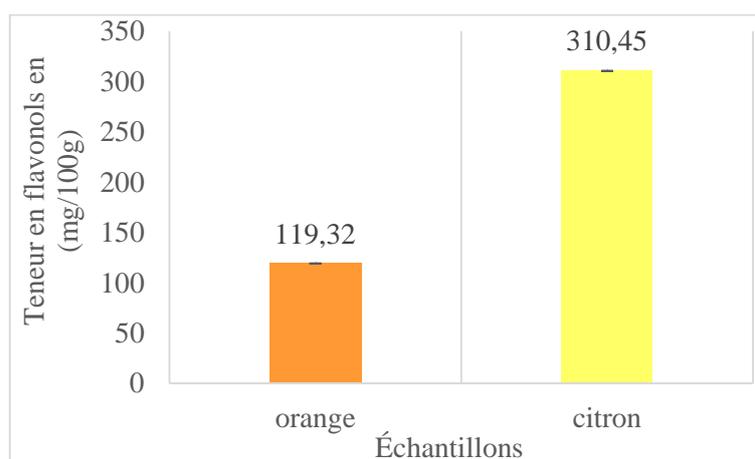


Figure 25 : Teneur en flavonols des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'observation statistique montre qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) entre les teneurs en flavonols des deux agrumes.

En se référant au graphique, il est clair que les écorces de citron doux sont les plus abondantes en flavonols, avec une concentration de $310,45 \pm 0,070$ mg/100g de MS, dépassant celle des écorces de la bigarade qui ont montré une teneur de $119,32 \pm 0,042$ mg/100g de MS.

Les résultats de l'étude de **Lagha-Benamrouche and Madani (2013)** indiquent une concentration en flavanols dans les écorces de bigarade de $42 \pm 0,001$ mg/100g de MS, inférieure à celle que nous avons observée dans notre étude. En revanche, pour une autre variété d'orange, la Thomson Navel, la même étude de référence a rapporté une concentration de $143 \pm 0,002$ mg/100g de MS, légèrement supérieure à nos résultats.

Pour le citron doux de notre étude, sa teneur en flavonols est significativement plus basse que celle rapportée par **Makni et al. (2018)** pour la même variété de citron beldi, évaluée à $2666 \pm 07,07$ mg/100g.

La variation de la teneur en flavonols peut être due à plusieurs facteurs, tels que les espèces ou les variétés d'agrumes, les méthodes de séchage (notamment la température et les techniques utilisées, qui peuvent influencer la stabilité et la concentration des flavonols), les méthodes d'extraction, les conditions de croissance et le degré de maturité des fruits.

d. Tanins

Les résultats des concentrations en tanins des extraits d'écorce d'orange amère et de citron doux sont illustrés sur la **figure 26**.

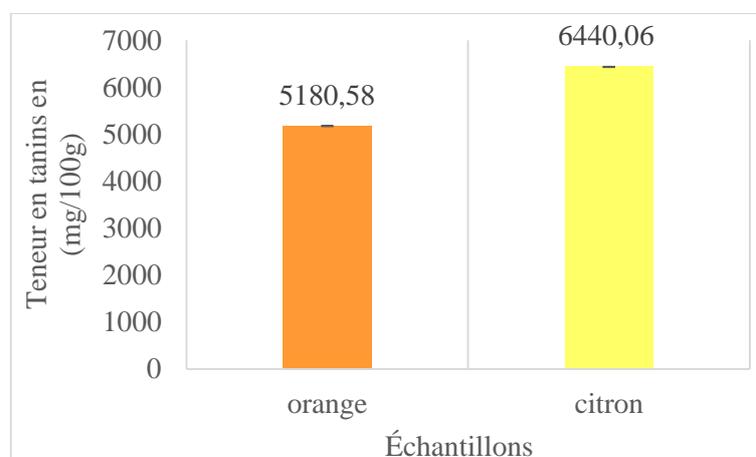


Figure 26 : Teneur en tanins des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique a montré une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons.

Les résultats des analyses des teneurs en tanins révèlent que les écorces de citron doux présentent une concentration plus élevée en tanins, mesurée à $6440,06 \pm 0,084$ mg/100g de MS, comparativement à celle de la poudre d'écorce d'orange amère, qui affiche une concentration de $5180,58 \pm 0,254$ mg/100g de MS.

Lagha-Benamrouche and Madani (2013) ont rapporté les teneurs suivantes en tanins dans les écorces d'oranges : bigarade $1628 \pm 0,36$ mg/100g MS, portugaise $737 \pm 0,46$, Sanguinelli $633 \pm 0,30$, Thomson Navel $1146 \pm 0,26$, Washington Navel $709 \pm 0,85$. Bien que la bigarade affiche la plus forte teneur, elle reste inférieure à nos propres résultats sur l'écorce de bigarade.

Tajer et al. (2019) ont remarqué des teneurs en tanins encore plus faibles dans tous les cas, avec environ 31,3 mg/100 g pour les oranges (*Citrus sinensis*), ce qui est inférieur à celui de la bigarade dans notre étude, et 26.6 ± 0.02 mg/100g pour les citrons (*Citrus limon*), également inférieur à celui des citrons doux dans notre étude.

Les fluctuations dans les teneurs de tanins entre les différentes espèces et variétés d'agrumes peuvent résulter de divers facteurs tels que les conditions de croissance, le degré de maturité des fruits, les techniques d'extraction employées, ainsi que les variations intrinsèques dans la composition chimique des plantes, comme souligné par **H. P. Makkar, Singh, and Dawra (1988)**.

e. Caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont des pigments naturels qui donnent aux plantes et aux fruits leurs couleurs vives, comme le jaune, l'orange et le rouge. En plus de leur rôle dans la coloration, ils ont des avantages pour la santé. Pensez aux carottes orange ou aux feuilles d'automne éclatantes - ces couleurs sont dues aux caroténoïdes.

Les résultats de dosage des caroténoïdes des deux extraits de poudre d'écorce d'agrumes exprimés en mg/100g sont présentés sur la **figure 27**.

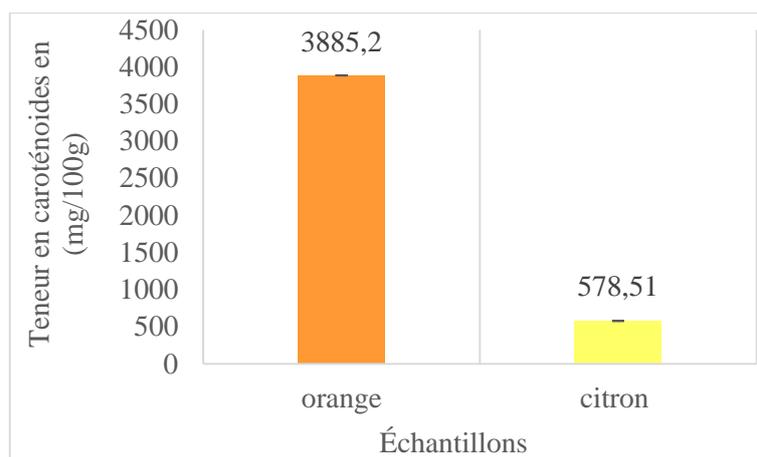


Figure 27 : Teneur en caroténoïdes des extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique prouve une différence significative ($p < 0,05$) dans les niveaux de teneur en caroténoïdes entre les écorces des deux agrumes étudiés.

L'étude actuelle a révélé la présence de quantités plus élevées de caroténoïdes dans l'écorce d'orange ($3385,2 \pm 0,141$ mg/100g MS) par rapport à l'écorce de citron qui n'en contenait que $578,51 \pm 0,042$ mg/100g MS de ce pigment naturel.

L'étude de **Tajer et al. (2019)** a mesuré de très faibles teneurs en caroténoïdes dans les poudres d'écorce d'orange ($0,648 \pm 3,5$ mg/100g) et de citron ($0,186 \pm 1,5$ mg/100g), nettement inférieures à celles de la bigarade et du citron dans notre étude.

Les niveaux de caroténoïdes peuvent varier selon les espèces et variétés, en raison de différents facteurs naturels tels que l'ensoleillement, le sol ou le stade de maturité. De plus, les conditions de conservation peuvent aussi impacter les teneurs en caroténoïdes (**Dias et al., 2009; Rodriguez-Amaya, 2001**).

Par ailleurs, les techniques d'analyse utilisées, y compris les méthodes d'extraction qui varient de l'extraction par solvant à l'extraction assistée par ultrasons ou par micro-ondes, peuvent influencer la quantité, la diversité et la pureté des composés extraits. De même, les conditions expérimentales (la température, le pH, la pression et la durée), ainsi que le choix des réactifs utilisés pour le dosage et les standards de référence peuvent influencer la précision des mesures (**P. Makkar, Dawra, & Singh, 1988**).

II.1.1.3. Activité antioxydante

a. Le pouvoir réducteur

Le test du pouvoir réducteur est souvent utilisé comme un indicateur de la capacité antioxydante des substances. Il mesure la capacité d'une substance à réduire les ions métalliques, tels que le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{2+}), les antioxydants peuvent neutraliser les radicaux libres en leur donnant un électron, la quantité du complexe Fe^{2+} peut ensuite être contrôlée par la mesure de la formation du bleu de Perl a 700 nm ainsi l'augmentation de l'absorbance (DO) indique une augmentation de la capacité réductrice. Plus le pouvoir réducteur est élevé, plus la substance a la capacité de neutraliser les radicaux libres et donc d'agir comme un antioxydant efficace, En somme, le test du pouvoir réducteur fournit une indication importante de l'efficacité antioxydante d'une substance (**Chandel, Kaur, & Kumar, 2011; Küçük et al., 2007**).

Les résultats du test du pouvoir réducteur par le ferricyanure de potassium des deux extraits de poudres d'écorces de bigarade et de citron doux sont présentés dans la **figure 28**.

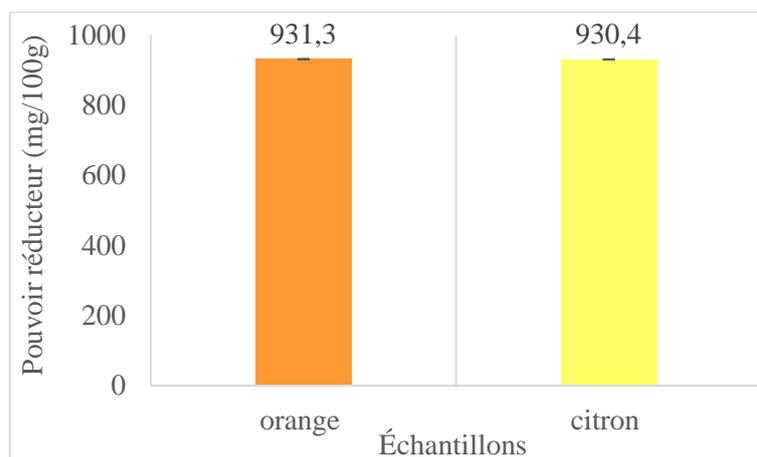


Figure 28 : Pouvoir réducteur des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'étude statistique ($P < 0,05$) indique qu'il n'existe pas une différence significative entre les deux échantillons analysés.

Le pouvoir réducteur présente des variations d'un échantillon à l'autre, comme le montre le graphique. On observe que l'orange affiche le pouvoir réducteur le plus élevé, suivi par le citron, avec des valeurs assez proches de $931,3 \pm 0,424$ mg EQ/100 g MS et $930,4 \pm 0,565$ mg EQ/100 g MS, respectivement.

Ces résultats suggèrent que ces deux types d'écorces d'agrumes ont des propriétés similaires en termes de pouvoir réducteur et mettent en évidence le potentiel de ces extraits comme sources naturelles d'antioxydants dans l'alimentation et la santé.

L'étude de **HADDAD, BOUZID, and BOUDRIES (2016)** indique que l'extrait d'écorce de citron présente un pouvoir réducteur de $59,63 \pm 0,59$ mg EQ/100 g de MS, ce qui est inférieur à celui observé dans notre étude sur le citron doux. Alors que l'étude menée par **CHABANE et al. (2023)** indiquent que les extraits d'écorce d'orange Thomson et sanguine séchés à 40°C (la même température que celle utilisée dans notre étude), présentent respectivement un pouvoir réducteur de 6815 mg EQ/100 g de MS et 5580 mg EQ/100 g de MS. Ces deux valeurs surpassent celles obtenues pour la bigarade dans notre étude.

Cette variation peut être due à plusieurs facteurs, notamment l'espèce analysé, la variété, le degré de la maturation le sol, le climat et les méthodes analytiques (**Xu et al., 2008**). Elle dépend également, selon **R. Huang, Xia, Hu, Lu, and Wang (2007)**, de la teneur en composés phénoliques, incluant les flavonoïdes.

b. Activité antiradicalaire DPPH⁺

Les résultats illustrés dans la **figure 29** mettent en évidence l'activité antioxydante des extraits d'écorce d'orange et de citron, telle que mesurée par le test DPPH. Le pouvoir antiradicalaire, exprimé en pourcentage d'inhibition, est utilisé comme mesure de cette activité antioxydante des extraits.

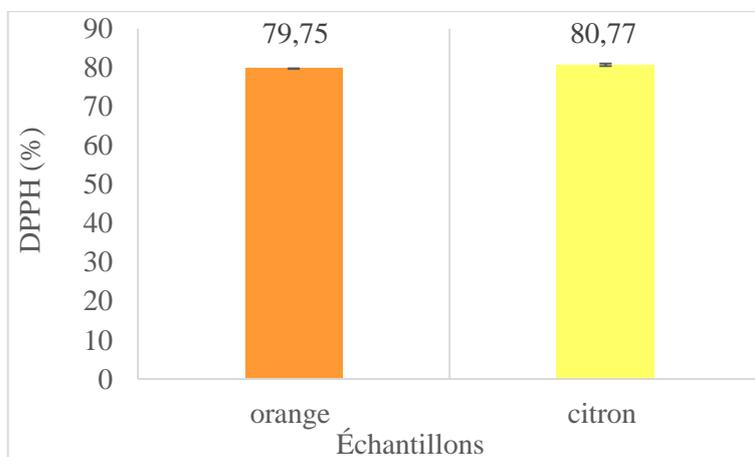


Figure 29 : Pourcentage d'inhibition du radical DPPH⁺ des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'étude statistique ($P > 0,05$) révèle qu'il n'existe pas une différence significative entre les deux agrumes analysés.

Les résultats du graphique montrent que les différents échantillons présentent une capacité de piéger le radical DPPH. L'échantillon d'écorces de citron semblent présenter une

meilleure capacité antioxydante ($80,77 \pm 0,325\%$), tandis que l'échantillon d'orange affiche une capacité antioxydante relativement plus faible qui est de $79,75 \pm 0,084\%$.

Comparativement à d'autres études, **Özcan et al. (2021)** ont rapporté un pouvoir antiradicalaire allant de 58,72% à 67,84% pour le citron et de 61,65% à 63,54% pour l'orange (les écorces sont séchées avec différentes méthodes de séchages). Nos résultats démontrent des valeurs de pouvoir antiradicalaire plus élevées que ceux rapportés dans ladite étude.

Cependant **Lagha-Benamrouche and Madani (2013)** ont montré que le pourcentage d'inhibition du radical DPPH des écorces de la bigarade est de 88%, une valeur nettement plus élevée que celle obtenue pour la bigarade et le citron dans notre étude.

Les disparités dans le pouvoir antiradicalaire peuvent découler de divers éléments, notamment le variété d'agrumes employé, les conditions de culture, la polarité des solvants, les techniques d'extraction des composés antiradicalaires, ainsi que les conditions de conservation et stockage des extraits, entre autres (**Bourgou et al., 2008; Naczk & Shahidi, 2004**).

c. L'évaluation de l'activité antioxydante par le test ABTS⁺

Les résultats du test ABTS mettent en évidence la capacité des extraits d'écorce d'orange et de citron à réduire le radical ABTS⁺. Les taux d'inhibition obtenus expriment le pourcentage de neutralisation du radical par les extraits, ce qui reflète directement leur activité antioxydante.

La **figure 30** présente les résultats obtenus pour le pourcentage d'inhibition du radical stable ABTS⁺ pour les extraits de poudre d'écorces d'agrumes examinées.

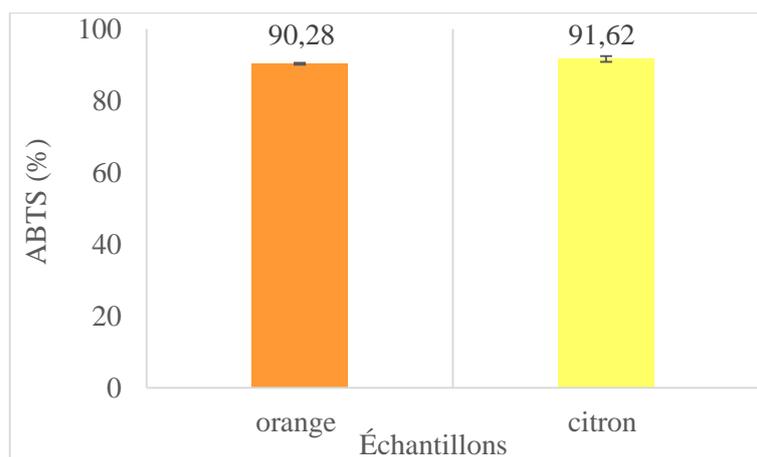


Figure 30 : Pourcentage d'inhibition du radical $ABTS^+$ des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'étude statistique montre qu'il n'existe pas une différence significative ($p > 0,05$) entre les deux agrumes.

D'après des résultats du test ABTS on remarque que la poudre des écorces de citron doux présente le pouvoir antioxydant le plus élevé avec un taux d'inhibition de $91,62 \pm 0,806\%$ suivi de la bigarade avec un taux d'inhibition de $90,28 \pm 0,296\%$.

Nos résultats pour les extraits d'écorce d'orange amère et de citron doux indiquent des taux d'inhibition plus élevés que ceux rapportés par **Mehmood et al. (2015)** pour l'écorce de *C. sinensis* qui est de 55,8%.

Il est important de souligner que les résultats peuvent différer en fonction des méthodes d'analyse (méthode d'extraction, le solvant d'extraction), des conditions expérimentales et des caractéristiques propres aux échantillons analysés.

En résumé, les extraits d'écorce d'orange et de citron ont montré une capacité significative à neutraliser le radical $ABTS^+$, ce qui suggère leur potentiel antioxydant. Ces observations appuient l'idée que les extraits de ces écorces peuvent être envisagés comme des sources naturelles d'antioxydants bénéfiques.

d. Le test au phosphomolybdate d'ammonium

Le test au phosphomolybdate utilisé pour déterminer la capacité antioxydante totale est basé sur la réduction du Mo (VI) en Mo (V) par l'extrait de poudre d'agrumes utilisé et la

formation ultérieure d'un complexe phosphate vert Mo (V) à pH acide. La **figure 31** illustre la capacité antioxydante totale des deux échantillons d'agrumes.

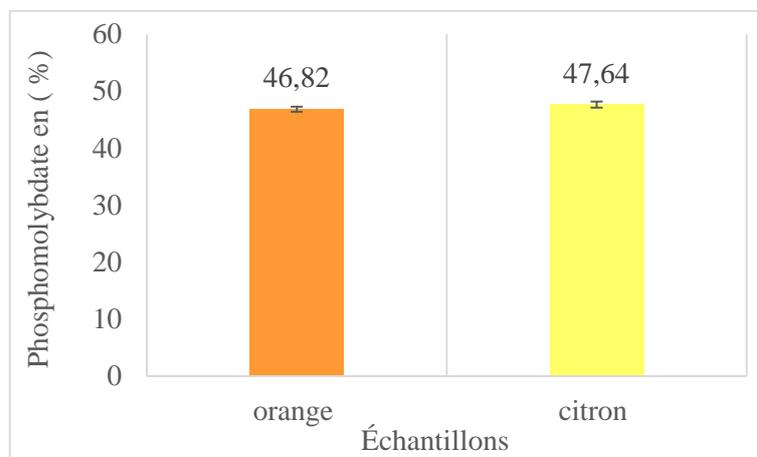


Figure 31 : La capacité antioxydante globale par le test au phosphomolybdate d'ammonium des différents extraits de poudre d'écorce de bigarade et de citron doux

Les barres verticales représentent les écarts types

L'analyse statistique révèle qu'il n'existe pas une différence significative entre l'activité des extraits des écorces des deux échantillons d'agrumes analysés ($p > 0,05$).

D'après les résultats de test phosphomolybdate d'ammonium, nous remarquons que cette activité est déférente d'un extrait à un autre. La capacité antioxydante totale d'extrait de poudre de citron s'est avérée être de $47,64 \pm 0,509$ % qui est légèrement supérieure à celle d'extrait de poudre d'orange qui est de $46,82 \pm 0,438$ %.

Les résultats enregistrés pour ce test révèlent clairement que les extraits des écorces d'orange et de citron possèdent une capacité antioxydante qui permet de réduire de l'ion Mo^{+6} en ion Mo^{+5} et de formation d'un complexe phosphate- Mo^{+5} .

Dans une étude conduite par **HADDAD et al. (2016)**, le test au phosphomolybdate a été employé pour évaluer l'activité antioxydante des diverses parties du citron, incluant les feuilles, les écorces, les pépins et le jus. Les résultats ont révélé des niveaux variables d'activité antioxydante d'un extrait à un autre, avec les pépins exhibant la plus grande activité ($0,13547 \pm 4,37$ %), suivis par les écorces ($0,11327 \pm 52,68\%$), tandis que les feuilles ont affiché des valeurs plus faibles ($0,06109 \pm 10,11$ %). L'activité antioxydante du jus était quant à elle la plus basse, mesurée à $0,00296 \pm 1,2$ mg EAG/100ml.

En comparaison, les niveaux d'activité antioxydante évalués par le test au phosphomolybdate obtenus durant notre étude sur les écorces de la variété de *citrus limetta*

ricco ainsi que celle de *citrus aurantium*, on observe des teneurs plus élevées à celle obtenues dans l'étude de référence précédemment citée pour les différentes parties du citron

Les variations observées peuvent résulter de plusieurs facteurs, notamment l'espèce et la variété des agrumes analysés, la partie spécifique du fruit examinée, les conditions de culture, la saison de l'échantillonnage, le degré de maturité des fruits, et les méthodes analytiques employées.

II.1.2. Le nectar et les jus utilisés

Les résultats de la teneur en composés phytochimiques des jus industriels utilisés pour la formulation sont illustrés dans l'**annexe XV**.

II.2. Analyses des boissons formulées

II.2.1. Analyses physicochimiques

Le **Tableau III** montre la composition chimique globale des boissons formulées.

Tableau III : Analyses physicochimiques des boissons formulées

	Boisson (1)	Boisson (2)	Boisson (3)	Boisson (4)	Boisson (5)	Boisson (6)
pH	3,32 ± 0,014 ^e	3,51 ± 0,014 ^d	3,55 ± 0,014 ^{cd}	3,6 ± 0,028 ^c	3,74 ± 0,028 ^b	3,84 ± 0,028 ^a
Acidité titrable (g/l)	7,21 ± 0,008 ^a	6,14 ± 0,005 ^b	5,947 ± 0,007 ^c	5,79 ± 0,042 ^c	5,485 ± 0,063 ^d	5,17 ± 0,070 ^e
° Brix (%)	12,1 ± 0,141 ^d	12,7 ± 0,282 ^d	13,2 ± 0,282 ^{cd}	14,3 ± 0,424 ^{bc}	15,4 ± 0,565 ^b	17,3 ± 0,424 ^a
Densité	1,052 ± 0,005 ^c	1,061 ± 0,001 ^{bc}	1,063 ± 0,004 ^{bc}	1,07 ± 0,002 ^{bc}	1,079 ± 0,007 ^{ab}	1,091 ± 0,012 ^a
Extrait sec total (%)	12,67 ± 0,028 ^f	13,71 ± 0,084 ^e	14,45 ± 0,042 ^d	15,15 ± 0,056 ^c	16,79 ± 0,127 ^b	20,07 ± 0,056 ^a
Protéines (%)	0 ± 0 ^d	0,1 ± 0,014 ^{cd}	0,15 ± 0,028 ^{bc}	0,17 ± 0,028 ^{abc}	0,24 ± 0,042 ^{ab}	0,28 ± 0,042 ^a
Fibres (%)	0,22 ± 0,007 ^f	1,78 ± 0,014 ^e	2,63 ± 0,028 ^d	3,56 ± 0,042 ^c	5,2 ± 0,141 ^b	8,33 ± 0,028 ^a
Glucides (%)	9,05 ± 0,098 ^e	9,515 ± 0,007 ^d	9,85 ± 0,056 ^c	10,08 ± 0,113 ^c	10,53 ± 0,113 ^b	12,72 ± 0,014 ^a
Matières grasses (%)	1,74 ± 0,042 ^a	1,39 ± 0,014 ^b	1,08 ± 0,028 ^c	0,63 ± 0,056 ^d	0,47 ± 0,028 ^e	0,23 ± 0,042 ^f

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

a. pH et acidité titrable

En observant les résultats des tests de pH et d'acidité des boissons préparées, on remarque des variations en fonction du pourcentage de poudre d'écorces d'orange et de citron ajouté. En augmentant le pourcentage de poudre ajouté, le pH augmente de manière proportionnelle.

Par exemple, le pH le plus bas ($3,32 \pm 0,014$) est enregistré dans le témoin sans poudre, tandis que le plus élevé qui est de ($3,84 \pm 0,028$) est obtenu lors d'une incorporation de 25 % de poudre. Par ailleurs, en ce qui concerne l'acidité, il est important de noter qu'il existe une relation inverse avec le pH : lorsque le pH augmente, l'acidité diminue. L'acidité de la boisson dans le témoin (0% de poudre) est mesurée à $7,21 \pm 0,008$ g/l, cette valeur diminue jusqu'à $5,17 \pm 0,070$ g/l dans la boisson contenant 25 % de poudre.

L'augmentation de la quantité de poudre d'écorce d'orange et de citron dans une boisson peut augmenter le pH de celle-ci. Les écorces d'agrumes contiennent des composés alcalins, tels que des sels minéraux et des flavonoïdes, qui peuvent réagir avec les acides présents dans la boisson, réduisant ainsi son acidité et augmentant le pH. Cependant, la magnitude de cette augmentation dépendra de divers facteurs tels que la concentration des écorces d'agrumes, le type de boisson et d'autres ingrédients présents.

Lorsque le pH augmente, cela signifie généralement que la concentration en ions hydrogène diminue dans la solution, ce qui indique une diminution de l'acidité. Un pH plus élevé correspond à une solution moins acide, tandis qu'un pH plus bas correspond à une solution plus acide. En effet, généralement, lorsque le pH augmente, cela correspond à une diminution de l'acidité de la solution. Cette relation inverse entre le pH et l'acidité implique que lorsque le pH augmente, la concentration en ions H^+ diminue, ce qui se traduit par une baisse de l'acidité.

b. ° Brix

L'analyse des boissons a révélé que le taux de ° Brix le plus bas observé était de $12,1 \pm 0,141\%$ lorsque aucune poudre n'était incorporée. Avec l'ajout progressif de poudre d'écorces d'orange et de citron, la teneur en sucre, mesurée en ° Brix, augmentait. À partir d'une incorporation de seulement 5% de poudre, le de ° Brix atteignait $12,7 \pm 0,282\%$, et cette valeur augmentait jusqu'à $17,3 \pm 0,424\%$ avec une incorporation maximale de 25%.

Cette augmentation peut être attribuée à la présence naturelle de sucre dans les écorces, ainsi qu'à d'autres composés qui peuvent intensifier la perception sucrée des boissons. En

conséquence, une augmentation de la quantité de poudre d'écorces d'agrumes pourrait entraîner une augmentation apparente de la teneur en sucre dans la boisson, telle que mesurée par le ° Brix. Toutefois, d'autres facteurs, comme la composition globale de la boisson et la concentration des autres ingrédients, pourraient également influencer cette mesure.

c. Densité

Les données indiquent une fluctuation de la densité des boissons préparées en fonction du pourcentage de poudre ajouté. En augmentant la proportion de poudre, la densité augmente de manière proportionnelle. Ainsi, la densité la plus élevée, enregistrée à $1,091 \pm 0,012$, est observée lors de l'incorporation maximale de poudre (25%), tandis qu'une incorporation minimale (5%) donne une densité de $1,061 \pm 0,001$. Le témoin, exempt de poudre, présente une densité de $1,052 \pm 0,005$.

L'ajout de poudre de citron et d'orange à une boisson peut augmenter sa densité. Cela est dû aux solides présents dans la poudre de citron et d'orange, qui se dissolvent dans la boisson et ajoutent de la masse à celle-ci, augmentant ainsi sa densité. Cependant, l'effet exact sur la densité dépendra de la quantité de poudre ajoutée par rapport au volume total de la boisson.

d. Extrait sec total

La teneur en extrait sec total dans les boissons formulées varie entre ($12,67 \pm 0,028\%$ et $20,07 \pm 0,056\%$). Il semble que l'augmentation de la quantité de poudre d'écorces d'orange et de citron entraîne systématiquement une augmentation de l'extrait sec total des boissons dans lesquelles elle est incorporée. Cela peut être dû à la présence de composés solides dans les écorces d'agrumes utilisés, tels que des sucres, des fibres et d'autres substances, qui sont dissoutes ou dispersées dans la boisson lors du processus d'incorporation de la poudre.

Cependant, d'autres aspects doivent être pris en compte pour comprendre pleinement les variations de l'EST dans les boissons. Cela inclut la composition globale de la boisson, processus de fabrication (telles que la température, le temps de mélange ou les méthodes d'incorporation de la poudre), ainsi que la source des écorces d'agrumes utilisés (les variations de la source géographique, de la variété et du traitement appliquée, peuvent affecter la composition des écorces et donc la quantité de solides qu'elles apportent à la boisson).

e. Protéines

Les résultats de l'étude montrent une légère augmentation de la teneur en protéines dans les boissons préparées à mesure que le pourcentage de poudre d'agrumes incorporée augmente. La boisson avec 25 % de poudre d'agrumes affiche la teneur en protéines la plus élevée, à $0,28 \pm 0,042$ %, tandis que celle avec 5 % présente la teneur plus faible, à seulement $0,1 \pm 0,014$ %.

Ces observations suggèrent une relation entre le pourcentage de poudre d'agrumes et la teneur en protéines des boissons. Bien que les agrumes ne soient pas traditionnellement privilégiés comme une source majeure de protéines, ils peuvent néanmoins contribuer de manière marginale à l'apport protéique, ce qui pourrait expliquer cette légère augmentation observée dans les boissons préparées.

f. Fibres

Les résultats de l'analyse de la teneur en fibres des boissons préparées révèlent une fluctuation de cette teneur en fonction de la quantité de poudre d'écorce d'orange et de citron ajoutée. Plus précisément, une augmentation du pourcentage de poudre incorporée entraîne une augmentation proportionnelle de la teneur en fibres dans les boissons. La boisson ayant le pourcentage le plus élevé de poudre d'écorce (25%) présente la teneur la plus élevée en fibres, soit $8,33 \pm 0,028$ %. En revanche, la boisson avec seulement 5 % de poudre d'écorce affiche une faible teneur en fibres, soit $1,78 \pm 0,014$ %.

Cette observation renforce l'idée que les oranges et les citrons, riches en fibres, peuvent améliorer la valeur nutritionnelle des boissons. Ainsi, augmenter la quantité de poudre d'écorces d'agrumes semble être un moyen efficace d'accroître leur teneur en fibres, offrant ainsi des avantages potentiels pour la santé. Il convient de noter que ces conclusions sont spécifiques à l'étude mentionnée et peuvent varier selon différents paramètres, mais elles encouragent néanmoins l'ajout de poudre d'écorces d'agrumes pour augmenter la valeur nutritionnelle des boissons.

g. Glucides

Les données démontrent une relation directe entre l'augmentation de la quantité de poudre d'agrumes et l'augmentation des glucides dans les boissons. Cette corrélation s'explique par le fait que les oranges et les citrons, sont naturellement riches en sucres, tels que le glucose, le fructose et le saccharose. Lorsque la poudre d'écorce d'agrumes est ajoutée aux boissons, ces sucres sont également introduits, ce qui entraîne une hausse de la teneur en glucides de la boisson. Ainsi, plus la quantité de poudre d'agrumes est élevée, plus la teneur en glucides

de la boisson augmente proportionnellement. La boisson contenant 25 % de poudre d'agrumes présente la teneur en glucides la plus élevée, atteignant $12,72 \pm 0,014$ %, tandis que celle à 5 % présente une teneur de $9,515 \pm 0,007$ %.

h. Matières grasses

De manière générale, les agrumes sont reconnus pour leur faible teneur en matières grasses. Par conséquent, l'augmentation de la quantité de poudre d'écorce d'agrumes dans les boissons est généralement associée à un impact insignifiant sur la quantité de matières grasses présentes.

Lors de l'analyse de la teneur en matières grasses dans les boissons, la teneur initiale dans le témoin sans poudre était de $1,74 \pm 0,042$ %. Cette teneur a ensuite diminué à mesure que la quantité de poudre d'écorces d'agrumes augmentait : à 5% elle est passée à $1,39 \pm 0,014$ %, à 7,5% elle était de $1,08 \pm 0,028$ %, à 10% elle a chuté à $0,63 \pm 0,056$ %, et à 15% elle est descendue à $0,47 \pm 0,028$ %. La teneur la plus basse a été enregistrée lorsque 25% de poudre ont été ajoutés, atteignant seulement $0,23 \pm 0,042$ %. Ces données mettent en évidence un effet significatif de l'ajout de poudre d'écorces d'agrumes sur la réduction de la teneur en matière grasse de la boisson reformulée.

Cette diminution pourrait être expliquée par plusieurs facteurs. Par exemple, la poudre d'écorce d'agrumes peut contenir des composés qui inhibent l'absorption ou la rétention des matières grasses. De plus, les processus de préparation, de formulation et même les techniques d'analyse et d'échantillonnage des boissons pourraient entraîner des pertes de matières grasses. En outre, l'incorporation de plus grandes quantités de poudre d'écorce d'agrumes peut modifier la texture ou la composition globale de la boisson, entraînant une réduction apparente de la teneur en matières grasses.

Ces résultats suggèrent que cette poudre d'agrumes (citron doux et bigarade) pourrait être utilisée comme un substitut efficace pour réduire la teneur en matière grasse dans une boisson.

II.2.2. Analyses phytochimiques

a. Teneur en polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux des différents échantillons analysés est présentée sur la **figure 32**.

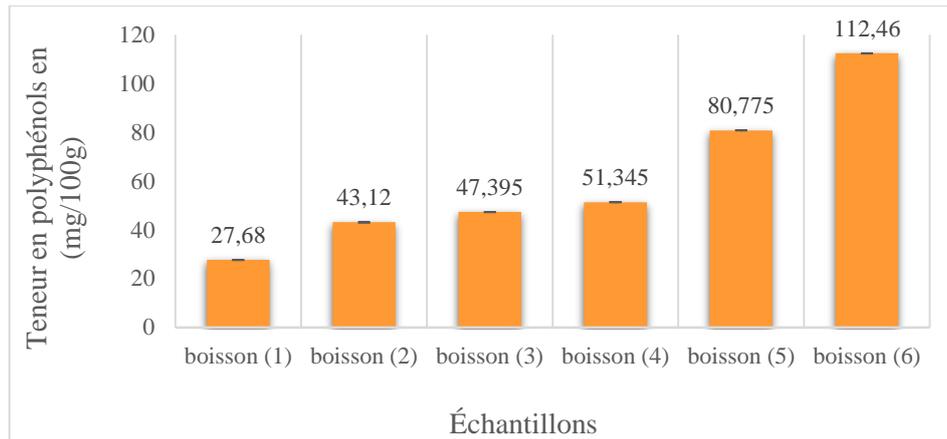


Figure 32 : Teneur en polyphénols totaux des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

Les résultats obtenus pour les teneurs en polyphénols dans les boissons préparées révèlent une variation significative. Cette variation est directement influencée par le pourcentage de poudre d'écorces d'orange et de citron ajouté. En augmentant ce pourcentage, on constate une augmentation proportionnelle de la teneur en polyphénols dans les boissons. La concentration la plus élevée est enregistrée dans la boisson contenant 25 % de poudre, avec une teneur de $(112,46 \pm 0,056 \text{ mg}/100\text{g})$, tandis que la plus faible teneur est observée dans la boisson à 0 % $(27,68 \pm 0,042 \text{ mg}/100\text{g})$, qui sert de témoin sans l'ajout de poudre.

b. Teneur en flavonoïdes

La **figure 33** montre les variations de teneur en flavonoïdes entre les différentes boissons formulées.

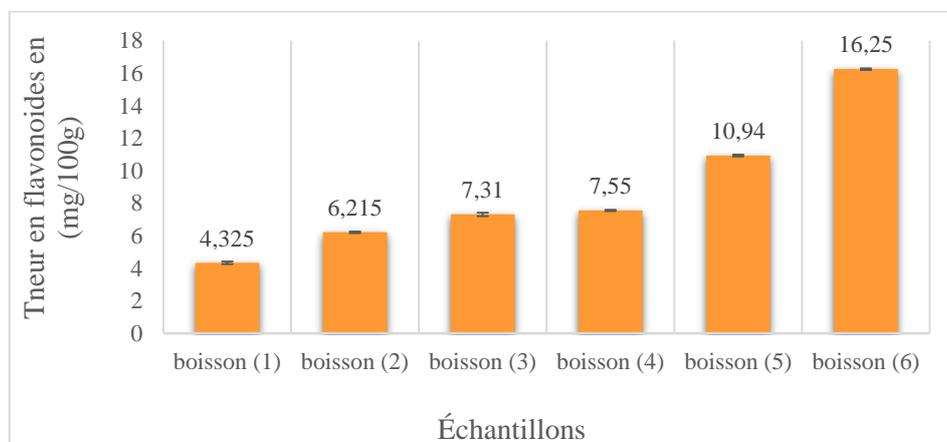


Figure 33 : Teneur en flavonoïdes des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

Les résultats des analyses indiquent que la quantité de flavonoïdes dans les boissons préparées varie en fonction du taux de poudre d'écorces d'orange et de citron ajouté. Plus précisément, une augmentation du pourcentage de poudre incorporée entraîne une augmentation proportionnelle de la quantité de flavonoïdes présente dans les boissons. La concentration la plus élevée est atteinte dans la boisson contenant 25 % de poudre, avec un niveau de $(16,25 \pm 0,056 \text{ mg}/100\text{g})$ et la concentration la plus basse est observée dans la boisson à 0 %, sans l'ajout de poudre, avec un niveau de $(4,325 \pm 0,077 \text{ mg}/100\text{g})$.

c. Teneur en flavonols

La teneur en flavonols des échantillons de boissons formulées est clairement indiquée sur la **figure 34**.

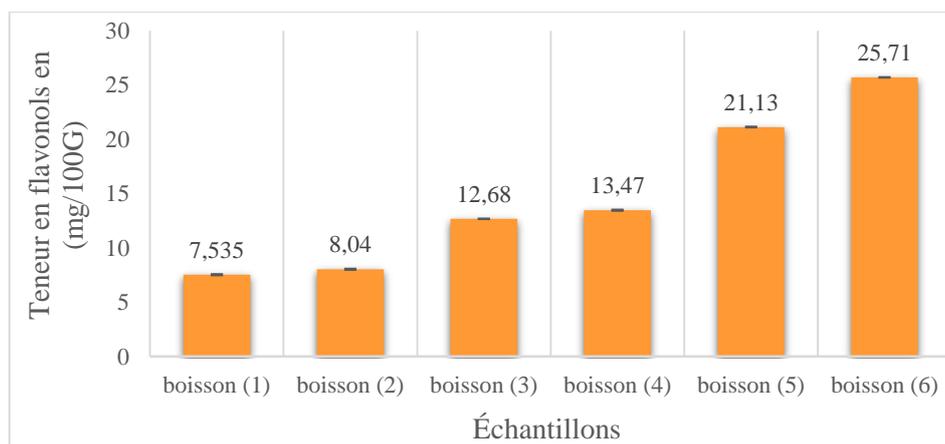


Figure 34 : Teneur en flavonols des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

La teneur en flavonols dans les boissons suit également une progression croissante en fonction de la quantité de poudre d'écorces ajoutée. Plus la quantité de poudre est importante, plus la teneur en flavonols dans la boisson augmente. La concentration la plus basse est observée lorsque aucune poudre n'est ajoutée (boisson 1), où elle affiche une valeur de $7,535 \pm 0,049 \text{ mg}/100\text{g}$. Cette teneur augmente à $8,04 \pm 0,056 \text{ mg}/100\text{g}$ lorsque la poudre est ajoutée à 5% dans la boisson (2), et atteint $25,71 \pm 0,042 \text{ mg}/100\text{g}$ dans le cas où 25% de poudre est incorporée (boisson 6).

d. Teneur en tanins

La **figure 35** affiche de manière explicite les concentrations en tanins des divers échantillons analysés.

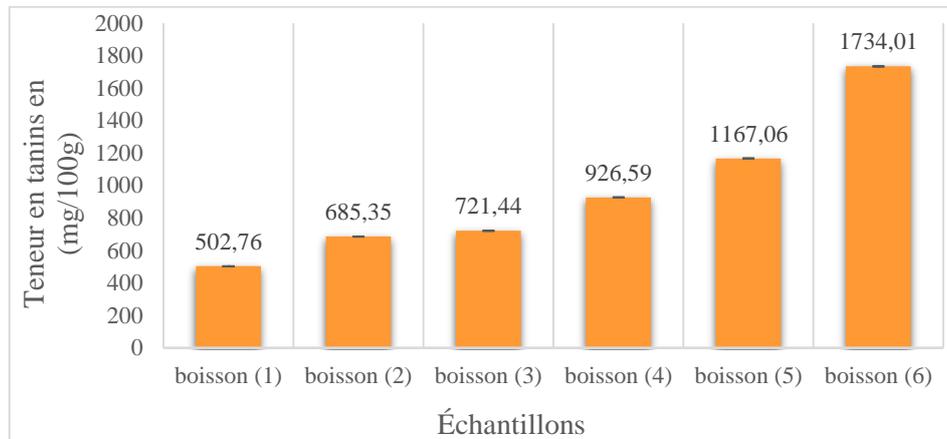


Figure 35 : Teneur en tanins des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

D'après le graphique, on observe une augmentation de la teneur en tanins dans les boissons formulées à mesure que la quantité de poudre d'écorces d'agrumes incorporée augmente. Ainsi, les boissons formulées peuvent être classées dans l'ordre croissant suivant : boisson (1) ($502,76 \pm 0,014$ mg/100 g) < boisson (2) ($685,35 \pm 0,494$ mg/100g) < boisson (3) ($721,44 \pm 0,636$ mg/100g) < boisson (4) ($926,59 \pm 0,650$ mg/100g) < boisson (5) ($1167,06 \pm 0,296$ mg/100g) < boisson (6) ($1734,01 \pm 0,113$ mg/100g).

e. Teneur en caroténoïdes

La **figure 36** illustre les diverses concentrations de pigments naturels (caroténoïdes) présentes dans les boissons formulées.

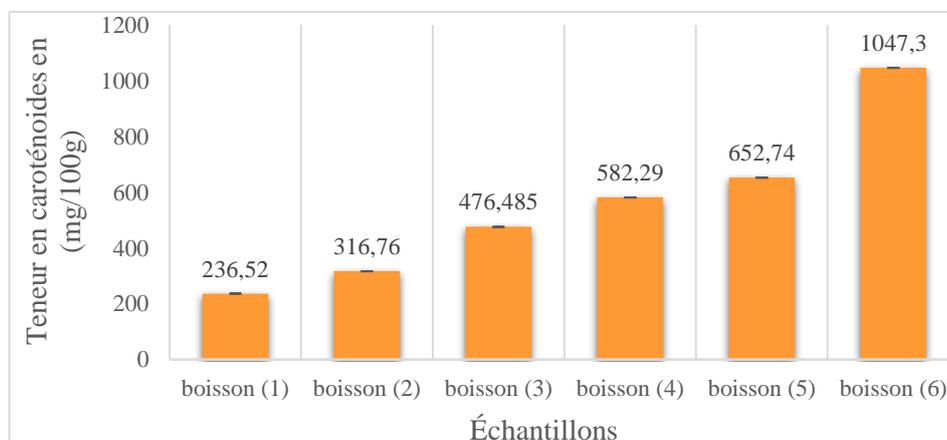


Figure 36 : Teneur en caroténoïdes des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

La figure 36 démontre clairement une augmentation de la concentration en caroténoïdes dans les boissons en fonction de la quantité de poudre d'écorces d'agrumes ajoutée. La concentration la plus élevée de ce pigment naturel, soit $1047,3 \pm 0,056$ mg/100g, est atteinte lors de l'incorporation de 25% de poudre, c'est-à-dire dans la boisson (6), suivie de la boisson (5) ($652,74 \pm 0,056$ mg/100 g), puis de la boisson (4) ($582,29 \pm 0,042$ mg/100 g), ensuite de la boisson (3) ($476,485 \pm 0,049$ mg/100 g) et de la boisson (2) ($316,76 \pm 0,042$ mg/100 g). Enfin, la boisson (1) présente la concentration la plus faible ($236,52 \pm 0,056$ mg/100 g).

f. Facteurs influençant la variation des teneurs en composés phytochimiques dans les boissons formulées

L'ajout croissant de poudre d'écorces d'oranges et de citrons dans les boissons conduit à une augmentation de la concentration des composés phytochimiques, notamment les polyphénols, les flavonoïdes, les flavonols, les tanins et les caroténoïdes. Cette augmentation peut s'expliquer par plusieurs facteurs :

1. Concentration initiale dans les écorces : les écorces d'orange et de citron sont naturellement riches en divers composés phytochimiques. Ainsi, l'ajout de poudre d'écorces augmente la quantité de ces composés dans la boisson.
2. Les jus industriels utilisés dans la formulation des boissons : des jus riches en composés phytochimiques augmentent la concentration dans la boisson finale.
3. L'effet d'extraction : ce processus fait référence à l'extraction des composés phytochimiques présents dans les écorces dans la solution liquide pendant le processus de mélange, augmentant ainsi leur concentration dans la boisson. Cet effet est proportionnel à la quantité de poudre d'écorces ajoutée, plus il y a de poudre d'écorces ajoutée, plus il y a d'extraits, ce qui augmente la concentration des composés dans la boisson formulée.
4. Interactions synergiques : les composés phytochimiques peuvent interagir de manière synergique entre eux ou avec d'autres composés présents dans la boisson, ce qui peut influencer leur concentration mesurée. Ces interactions peuvent potentiellement amplifier l'effet bénéfique des composés phytochimiques sur la santé.

5. Les méthodes de préparation et de conservation : la durée et la température du traitement thermique (pasteurisation) peuvent altérer la quantité et la qualité des composés phytochimiques présents dans les boissons, la chaleur peut dégrader certains composés sensibles, tandis que d'autres peuvent être préservés ou même augmentés. Ainsi une exposition à la chaleur, à la lumière et à l'oxygène peut entraîner une dégradation des composés phytochimiques.
6. Les méthodes d'analyse des échantillons : les méthodes d'extraction peuvent avoir des efficacités variables pour extraire différents composés phytochimiques. De plus, les techniques de dosage utilisées peuvent présenter des sensibilités différentes pour détecter et quantifier les composés d'intérêt.

II.2.3. Activités antioxydantes

a. Pourcentage d'inhibition du radical DPPH⁺

Les résultats obtenus pour le pourcentage d'inhibition du radical stable DPPH⁺ sont illustrée sur la **figure 37**.

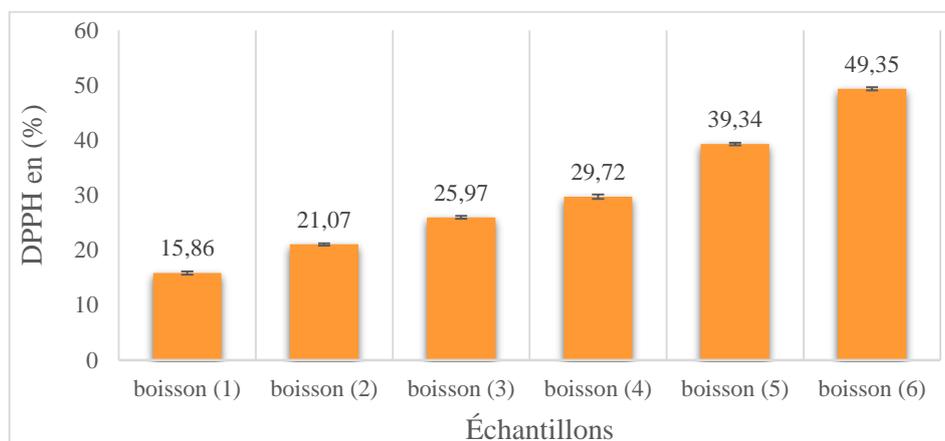


Figure 37 : Pourcentage d'inhibition du radical DPPH⁺ des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

D'après les résultats obtenus on remarque que plus la quantité de la poudre des écorces d'agrumes incorporée dans les boissons est importante plus que l'activité antioxydante augmente, la boisson à 25% affiche le pourcentage d'inhibition le plus élevé, avec une valeur de $49,35 \pm 0,282$ % ce qui signifie qu'elle a la capacité antioxydante la plus forte parmi les boissons testées. À l'inverse la boisson à 5% présente la capacité antioxydante la plus faible avec un pourcentage d'inhibition de $21,07 \pm 0,212$ %.

Ces résultats mettent en évidence la capacité des boissons formulées à neutraliser les radicaux libres du test DPPH, démontrant ainsi leur activité antioxydante et la corrélation significative entre la teneur en composés phytochimiques et le pouvoir antioxydant des boissons préparées. Les boissons avec une teneur plus élevée en composés phytochimiques ont affiché une activité antioxydante plus forte, tandis que ceux avec une teneur plus faible ont montré une activité de piégeage des radicaux libres plus faible.

b. Pourcentage d'inhibition du radical ABTS^{•+}

La **figure 38** présente les résultats obtenus pour le pourcentage d'inhibition du radical stable ABTS^{•+} par les boissons formulées.

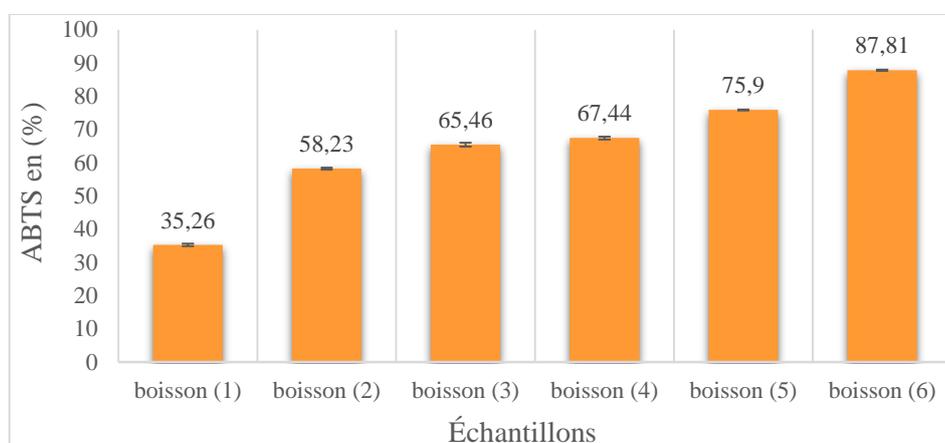


Figure 38 : Pourcentage d'inhibition du radical ABTS^{•+} des différentes boissons formulées

Les barres verticales représentent les écarts types

Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

En analysant les résultats du test ABTS, on remarque que l'activité antioxydante des boissons préparées augmente en proportion de la quantité croissante de la poudre d'écorce d'orange et de citron doux ajoutée, l'activité antioxydante la plus élevée est obtenue dans la boisson à 25% avec un taux d'inhibition de $87,81 \pm 0,226$ % en revanche l'activité antioxydante la plus faible est obtenue à 5% avec un taux d'inhibition de $58,23 \pm 0,325$ %.

Ces résultats suggèrent que l'incorporation de quantités plus importantes de poudre d'écorces d'agrumes dans les boissons peut être bénéfique pour augmenter leur activité antioxydante, car ils apportent des teneurs intéressantes en composés phytochimiques qui ont une cohérence significative avec le pouvoir antioxydant des boissons dont lesquelles sont présents.

II.2.4. Analyses microbiologiques

Les résultats des analyses microbiologiques effectuées au même jour de la formulation (t=0 jours) des boissons conditionnées et stockées sous réfrigération à 4°C sont présentés dans le **tableau IV**.

Tableau IV : Résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées à t=0 jours stockées sous réfrigération à 4°C

Type d'analyse Les échantillons	Recherche de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)	Recherche des coliformes	Recherche des levures et moisissures	Recherche des levures osmophiles
Boisson (1)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (2)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (3)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (4)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (5)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (6)	Absence	Absence	Absence	Absence
NORMES	Absence (JORA, 1998)	Absence (JORA, 1998)	10 à 10 ² UFC/g (JORA, 2017)	<20 dans 100ml (JORA, 1998)

Boisson (1), Boisson (2), Boisson (3), Boisson (4), Boisson (5), Boisson (6), présentent respectivement les formulations à 0%, 5%, 7,5%, 10%, 15% et 25% de poudre d'écorce d'agrumes.

Les résultats des analyses microbiologiques effectuées sur les échantillons de boissons à t = 0 jours ont révélé une absence totale des germes recherchés (FTAM, coliformes, levures et moisissures, et levures osmophiles). Cette absence de microorganismes indésirables est un indicateur positif de la qualité microbiologique de ces produits et aussi une caractéristique essentielle pour garantir la sécurité alimentaire et la conformité aux normes réglementaires.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer ces résultats. Tout d'abord, les bonnes pratiques d'hygiène mises en place lors de la préparation des ingrédients, de la formulation et aussi lors des examens microbiologiques ont probablement joué un rôle crucial dans la prévention de la contamination par des microorganismes pathogènes. De plus, l'efficacité du traitement thermique (pasteurisation) a probablement contribué à éliminer tout microorganisme présent dans les échantillons, assurant ainsi une réduction significative de la charge microbienne.

Ces résultats sont en accord avec les normes de qualité microbiologique établies par la législation en vigueur, notamment celles publiées dans le journal officiel relatif aux critères microbiologiques des jus de fruits et légumes. L'absence des germes recherchés confirme la conformité des boissons aux exigences de sécurité alimentaire et atteste de leur aptitude à la

consommation humaine. Il convient toutefois de noter que bien que les résultats des analyses microbiologiques soient encourageants, ils ne garantissent pas nécessairement une absence totale de risques microbiologiques. Des pratiques de contrôle qualité continues doivent être maintenues tout au long du processus de production et de distribution afin de prévenir toute contamination éventuelle et de garantir la sécurité des consommateurs.

Afin d'évaluer la stabilité microbiologique des échantillons sur une période prolongée, un test de stabilité sur 21 jours a été réalisé. Ce test visait à évaluer la capacité des boissons à maintenir leur qualité microbiologique au fil du temps, en conservant les mêmes conditions de stockage (réfrigération à 4°C). Les résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées, soumises au test de stabilité, sont présentés dans l'**annexe XVI**, **annexe XVII** et **annexe XVIII**, pour t = 7 jours, t = 14 jours, t = 21 jours respectivement.

Sept jours après le début de l'étude, les résultats des analyses microbiologiques ont continué à montrer une absence de contamination microbiologique dans les échantillons, confirmant la stabilité microbiologique des boissons à ce stade. Les tests de stabilité ont également maintenu des paramètres microbiologiques cohérents avec ceux observés à t = 0 jours, ce qui indique une bonne préservation de la qualité microbiologique des produits au cours de la première semaine.

À 14 jours, les résultats des analyses microbiologiques ont révélé une légère contamination détectée dans les boîtes incubées pour la recherche des levures et moisissures, cette dernière est à la fois détectée dans quelques échantillons, ainsi que dans le témoin du milieu (SABAURAUD) incubé. Cette observation est notable car c'est la première détection de contamination depuis le début de l'étude. La présence de contamination dans le témoin du milieu incubé sans échantillon indique une éventuelle source externe de contamination, tandis que la contamination des échantillons peut être due à divers facteurs, tels qu'une introduction accidentelle de micro-organismes ou une dégradation des conditions de stockage. Malgré cette contamination légère, les tests de stabilité ont maintenu des paramètres microbiologiques acceptables.

À la fin de la période de test de stabilité (21 jours), les résultats des analyses microbiologiques ont démontré une absence totale de la contamination détectée à 14 jours. Cela confirme la bonne qualité microbiologique des produits et suggèrent que la contamination détectée à 14 jours était probablement due à une introduction accidentelle,

qui pourrait résulter d'un non-respect des conditions d'hygiène lors de la manipulation, de l'utilisation de boîtes pétri contaminées ou même du milieu de culture utilisé, comme en témoigne la persistance de la même contamination dans la boîte de milieu témoin. Les tests de stabilité ont également révélé une cohérence des paramètres microbiologiques, suggérant que la qualité microbiologique des produits reste généralement sous contrôle.

En conclusion, bien que les résultats initiaux à $t = 0$ jours et $t = 7$ jours aient indiqué une absence de contamination, la légère contamination détectée à 14 jours souligne l'importance d'une surveillance continue de la qualité microbiologique. La présence de contamination dans le témoin du milieu incubé sans échantillon suggère une source externe potentielle de contamination. Malgré cela, la contamination reste légère et ne semble pas compromettre gravement la qualité globale de la boisson, qui a répondu aux normes de sécurité alimentaire pendant la majorité de la période d'étude. Les tests de stabilité ont montré une certaine stabilité des paramètres microbiologiques, mais une enquête approfondie et des mesures correctives peuvent être nécessaires pour identifier les causes de cette contamination tardive et prévenir une augmentation ultérieure afin d'améliorer encore les processus de fabrication et de stockage à l'avenir et garantir la sécurité microbiologique des produits.

II.2.5. Analyses sensorielles

La caractérisation sensorielle des boisson témoin négatif et additionnées des écorces d'agrumes (orange et citron) produites à l'échelle laboratoire sont effectuées par un panel expert composé de 20 jurys qualifiés.

1. Caractérisation de produits

Le but de ce test se base sur l'identification des caractéristiques clés ainsi que des descripteurs ou des attributs sensoriels qui permettent de mieux différencier les produits évalués par le jury. Lorsque les résultats sont en vert, cela signifie que le coefficient du descripteur est positif (apprécié) ; en rouge, cela indique un coefficient significativement négatif (non apprécié). En blanc, cela indique que les caractéristiques ne sont pas détectées (Charnay, 2006).

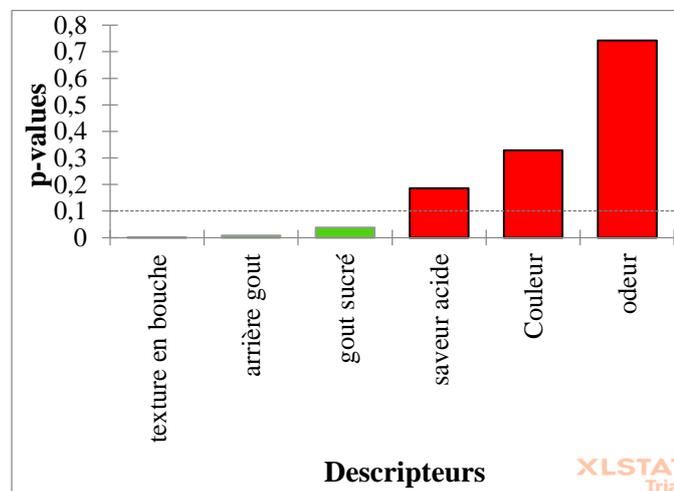
1.1. Pouvoir discriminant par descripteur

L'objectif de ce test est de représenter les attributs sensoriels des produits évalués par le jury expert, classés selon leur pouvoir discriminant, du plus fort au plus faible, en fonction de la valeur de p . Les résultats sont présentés à la fois dans la **figure 39** et le **tableau V**.

Tableau V : Pouvoir discriminant par descripteur

Descripteurs	Valeurs test	p-values
Texture en bouche	3,488	0,000
Arrière-goût	2,428	0,008
Goût sucré	1,771	0,038
Saveur acide	0,893	0,186
Couleur	0,442	0,329
Odeur	-0,651	0,743

Le tableau V rassemble les descripteurs ordonnés du plus discriminant au moins discriminant sur les boissons témoin négatif et additionnées des écorces d'oranges et de citron. Les valeurs obtenues révèlent que la texture en bouche est le descripteur le plus discriminant et les p-values associées montrent toutes un effet significatif du descripteur.

**Figure 39 : Pouvoir discriminant par descripteur**

La figure 39 illustre également les descripteurs ordonnés du plus discriminant au moins discriminant sur les boissons témoin négatif et additionnées des écorces d'oranges et de citron. La texture en bouche, l'arrière-goût et le goût sucré sont les descripteurs qui ont le plus fort pouvoir discriminant sur les six boissons élaborées, avec la texture en bouche > l'arrière-goût > le goût sucré indiquant que les experts ont constatés des différences sensorielles entre les six boissons élaborées au niveau de ces trois descripteurs.

Les descripteurs suivants : la saveur acide, la couleur et l'odeur ont un pouvoir discriminant faible, ce qui signifie que les experts n'ont pas constatés des différences entre les descripteurs des échantillons des boissons.

En déduction, d'une manière générale, les six boissons formulées ont des descripteurs différents qui les distinguent les uns par rapport aux autres.

1.2. Coefficients des modèles

Les coefficients du modèle sélectionné sont affichés pour chaque descripteur et pour chaque produit. Cela permet d'évaluer la performance globale du panel d'experts en fonction de deux facteurs (produit et juge) pour chaque descripteur (Pagès, Lê, & Husson, 2006). Pour chaque produit, une représentation graphique des coefficients était associée aux différents descripteurs. Les résultats des coefficients des modèles sont présentés dans la figure 40.

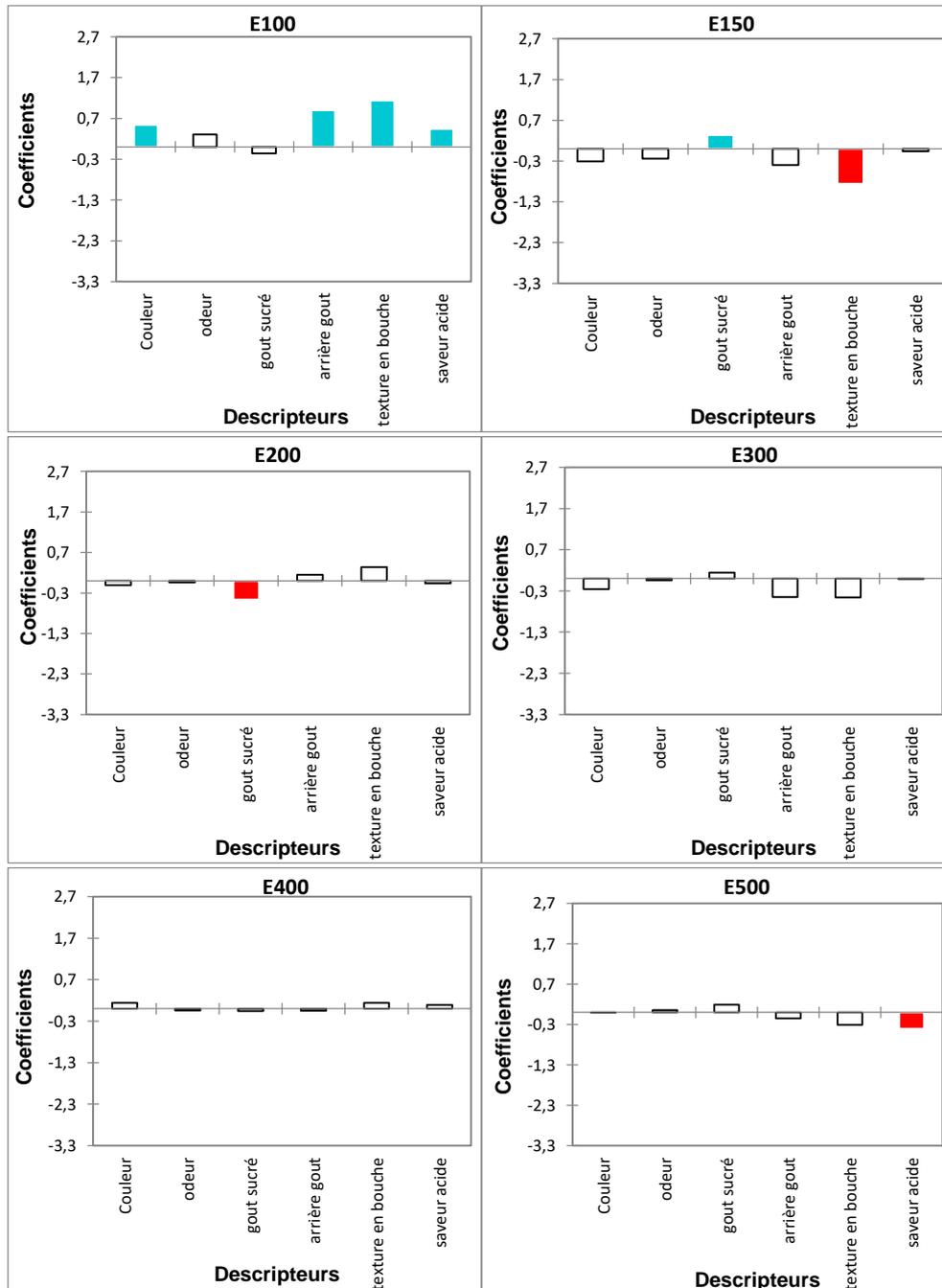


Figure 40 : Coefficient des modèles des six boissons témoin négatif (E100) et additionnées des écorces d'oranges et de citron (E150, E200, E300, E400 et E500)

Les graphiques présentés dans la figure 40 permettent de visualiser et d'établir si les descripteurs des différents échantillons des boissons sont appréciés ou non par les jurys experts.

La boisson témoin négatif (E100), les caractéristiques couleur, arrière-goût, texture en bouche et saveur acide sont présentées en bleu, signifiant que ces caractéristiques sont appréciées par les jurys. Cependant, la boisson additionnée de la poudre des écorces d'oranges et de citron E150, en bleu, la caractéristique goût sucré est appréciée par l'ensemble des experts et en blanc celles que les jurys ne sont pas arrivés à les détecter. Egalement, les deux boissons (E150 & E200) révèlent que les caractéristiques texture en bouche et goût sucré, présentées en rouge, ne sont pas appréciées par les jurys.

Les descripteurs affichés en blanc ne sont pas significatifs donc les membres de jurys n'ont pas pu détecter les caractéristiques de ces produits.

1.3. Moyennes ajustées par produit

L'objectif principal de ce test est de définir les moyennes ajustées calculées à partir du modèle pour chaque combinaison descripteur-produit. Les résultats des moyennes ajustées par produit sont présentés dans le **tableau VI**.

Tableau VI : Moyennes ajustées par produit.

	Texture en bouche	Arrière-goût	Couleur	Odeur	Saveur acide	Goût sucré
E100	3,850	3,650	3,700	3,500	3,950	3,700
E200	3,050	2,900	3,050	3,150	3,450	3,400
E400	2,850	2,700	3,300	3,150	3,600	3,800
E500	2,400	2,600	3,150	3,250	3,100	4,050
E300	2,250	2,300	2,900	3,150	3,500	4,000
E150	1,850	2,350	2,850	2,950	3,450	4,200

Le tableau des moyennes ajustées par produit permet de mettre en évidence les moyennes lorsque les différents produits et caractéristiques (attributs sensoriels) sont croisés. Les cellules bleues indiquent que les descripteurs ont un effet discriminant significativement positif sur le produit, les cellules rouges correspondent aux descripteurs ayant un effet discriminant significativement négatif sur le produit et les cellules blanches indiquent que les descripteurs n'ont aucun effet discriminant sur les produits.

La boisson E100, le descripteur la texture en bouche, arrière-goût, couleur et la saveur sucré ont un effet discriminant significativement positif sur le produit et les descripteurs odeur, le goût sucré n'ont pas d'effet discriminant significativement sur le produit, ce qui signifie que ces descripteurs ne sont pas appréciés, à l'exception des descripteurs goût sucré, saveur acide et texture en bouche révèlent un effet discriminant significativement négatif sur les boissons E200, E500 et E150. Cependant, le descripteur goût sucré de la boisson E150 a un effet discriminant significativement positif sur le produit, tandis que la texture en bouche a un effet discriminant significativement négatif sur le produit.

Le descripteur odeur pour l'ensemble des boissons et les descripteurs texture en bouche, arrière-goût et couleur n'ont aucun effet discriminant significativement sur la boisson, c'est-à-dire que les jurys n'ont pas pu se différencier entre les boissons en termes de ce descripteur.

2. Test de préférence

Les résultats de préférence générale sont présentés dans la figure suivante.

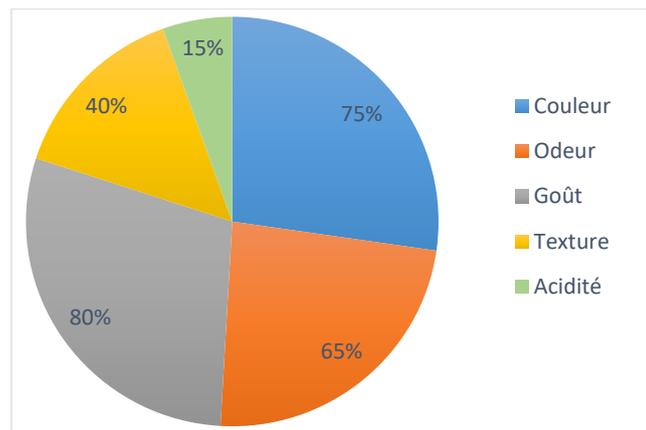


Figure 41 : Paramètres de préférence

Nos jurys sont tous des amateurs des agrumes, et ils ont tous détectés le goût d'orange dans les formules mais malheureusement ils n'ont pas détecté le goût de la poudre de citron dans tous les formules.

D'après ces résultats les dégustateurs qui préfèrent les boissons formulées, leur choix est basé sur le goût, la couleur et l'odeur. Les pourcentages de préférence pour la texture et l'acidité des boissons sont faibles par rapport aux autres paramètres.

Nous pouvons noter que les sujets ont mentionné la présence d'une amertume dans les boissons enrichies par les écorces d'orange et de citron et surtout pour les boissons E150, E300 et E500.

CONCLUSION

Conclusion

L'utilisation industrielle des écorces d'agrumes permet de valoriser un sous-produit qui serait autrement considéré comme un déchet. Cela contribue à réduire les impacts écologiques et économiques liés à son élimination. Dans cette étude, nous avons testé la possibilité de créer une nouvelle boisson à base de poudre d'écorces de citron doux et d'orange amère. Cette boisson met en avant les multiples bienfaits pour la santé de ces ingrédients, notamment leurs propriétés antioxydantes et leurs effets positifs sur la digestion et le contrôle du poids.

L'analyse des deux poudres utilisées a révélé une forte présence de composés phytochimiques tels que les caroténoïdes, les composés phénoliques et les flavonoïdes, leur conférant ainsi une capacité antioxydante notable. Les tests d'activité antioxydante menés sur les extraits de la poudre d'écorces d'agrumes ont souligné l'importance de ces coproduits en tant que sources prometteuses de composés antioxydants et de nutraceutiques. Néanmoins, des recherches supplémentaires sont nécessaires pour approfondir notre compréhension sur ces poudres et pour explorer de nouvelles opportunités d'application.

L'ensemble des analyses physico-chimiques, phytochimiques et microbiologiques réalisées sur les boissons formulées ont démontré leur conformité, garantissant ainsi leur qualité et leur sécurité, et confirmant leurs valeurs nutritionnelles exceptionnelles, lui permettant ainsi d'être qualifiée de "boisson fonctionnelle".

Cette étude mérite d'être approfondie et promet sans doute de bonnes perspectives d'élaboration d'une nouvelle boisson à base de poudres d'écorces d'agrumes, en tenant compte de tous les paramètres et facteurs pouvant contribuer à la maîtrise de la formulation d'une boisson à forte valeur ajoutée à savoir :

- ✓ Optimisation des conditions de préparation des boissons et exploration des techniques de séchage et de préparation des poudres innovantes pour améliorer leurs qualités ;
- ✓ Suivi des paramètres physicochimiques, phytochimiques et activités antioxydantes des boissons formulées et des poudres utilisées au cours de leurs conservation pour assurer une qualité organoleptique et nutritionnelle optimale ;
- ✓ Examiner les propriétés fonctionnelles des boissons élaborées (leur influence sur la santé digestive et cardiovasculaire, leur capacité à réguler le métabolisme) ;
- ✓ Réalisation d'une étude socio-économique ;
- ✓ Enfin, envisager la transposition de ces résultats à l'échelle industrielle.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

A

- Abrassart, J.-L. (2000).** *Guide pratique d'aromathérapie: usage et bienfaits des huiles essentielles de plantes*: G. Trédaniel.
- AFNOR. (1991).** Contrôle de la qualité des produits alimentaires—Céréales et produits céréaliers. In: Afnor.
- Ahmed, I., Zia, M. A., Hussain, M. A., Akram, Z., Naveed, M. T., & Nowrouzi, A. (2016).** Bioprocessing of citrus waste peel for induced pectinase production by *Aspergillus niger*; its purification and characterization. *Journal of radiation research and applied sciences*, 9(2), 148-154.
- Allaf, T., Tomao, V., Besombes, C., & Chemat, F. (2013).** Thermal and mechanical intensification of essential oil extraction from orange peel via instant autovaporization. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 72, 24-30.
- Allaf, T., Tomao, V., Ruiz, K., & Chemat, F. (2013).** Instant controlled pressure drop technology and ultrasound assisted extraction for sequential extraction of essential oil and antioxidants. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(1), 239-246. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.05.013>
- Allais, D. (2009).** Phytothérapie: L'oranger amer ou bigaradier. *Actualités Pharmaceutiques*(488), 47-49.
- Alzamora, S. M., Salvatori, D., Tapia, M. S., López-Malo, A., Welti-Chanes, J., & Fito, P. (2005).** Novel functional foods from vegetable matrices impregnated with biologically active compounds. *Journal of Food Engineering*, 67(1-2), 205-214. DOI:10.1016/J.JFOODENG.2004.05.067
- Annabi, B., Lachambre, M.-P., Plouffe, K., Moumdjian, R., & Béliveau, R. (2009).** Propranolol adrenergic blockade inhibits human brain endothelial cells tubulogenesis and matrix metalloproteinase-9 secretion. *Pharmacological research*, 60(5), 438-445.
- Anonyme.** Analyse de la taille et de la part du marché des boissons fonctionnelles – Tendances de croissance et prévisions (2024-2029). Retrieved 06/05/2024, from <https://www.mordorintelligence.com/fr/industry-reports/functional-beverage-market>
- Anonyme.** Citrus limetta de Marrakech – Citron bergamote – Citron Beldi. Retrieved 31/05/2024, from <https://www.boutique-vegetale.com/p/citrus-limetta-de-marrakech-limonette-de-marrakech>

Références bibliographiques

- Anonyme. (2007).** Bigaradier, Citrus aurantium. Retrieved 06/06/2024, from https://fr.wikipedia.org/wiki/Bigaradier#/media/Fichier:Citrus_aurantium_-_K%C3%B6hler%E2%80%93s_Medizinal-Pflanzen-042.jpg
- ANONYME. (2017a).** Diagramme de fabrication des boissons gazeuses en emballage pet –lignes ksb 18 /2 et ksb 18/33 référence DD- QHSE2-40, IFRI. 1 page; Diagramme de fabrication ligne aseptique, référence DD-DF2-2-01, IFRI. 2pages; Document descriptif interne, caractéristique du produit fini.
- Anonyme. (2017b).** Dosages des composants des denrées et valeur énergétique. Retrieved from https://wiki.epfl.ch/ball/documents/chimie_denrees/06_analyse_da_val_nut.pdf
- Anonyme. (2021).** Marrakech Limonette. Retrieved 06/06/2024, from https://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Marrakech_Limonette.jpg
- Anonyme. (2024).** Boissons fonctionnelles enrichies en vitamines : tendance marketing ou vraie solution bien-être ? Retrieved 06/05/2024, from <https://theblinewater.com/le-blogue/boissons-fonctionnelles-et-vitaminees-simple-tendance-marketing-ou-vraie-solution-bien-etre/>
- Antoine, S. (2013).** *Etude des mécanismes de l'acidification de la pulpe des agrumes en conditions d'assimilats contrastés.* Université Pascal Paoli,

B

- Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006).** Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1), 191-203.
- Bonnaillie, C., Salacs, M., Vassiliova, E., & Saykova, I. (2012).** Etude de l'extraction de composés phénoliques à partir de pellicules d'arachide (*Arachis hypogaea* L.). *Revue de génie industriel*, 7, 35-45.
- Bougandoura, N., & Bendimerad, N. (2013).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. *Nepeta* (L.) Briq. *Nature & Technology*(9), 14.
- Bouhadi, N., Nouani, A., Benmalek, N., & Benchabane, A. (2016).** Valorisation des sous produits d'agrumes: production d'enzymes pectinolytiques par bioconversion. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*, 2(1).
- Bourgou, S., Ksouri, R., Bellila, A., Skandrani, I., Falleh, H., & Marzouk, B. (2008).** Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella sativa* L. shoots and roots. *Comptes Rendus Biologies*, 331(1), 48-55.

Références bibliographiques

Bousbia, N. (2011). *Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires.* Université d'Avignon,

C

Cai, Y., Tian, J., Qin, W., & Ogawa, Y. (2020). Effect of particle size of pulverized citrus peel tissue on elution characteristics of intracellular substances as influenced by type of solvent. *Food hydrocolloids*, 100, 105392. doi:10.1016/j.foodhyd.2019.105392

Cano-Chauca, M., Stringheta, P., Ramos, A., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(4), 420-428.

CHABANE, M., BOUCHOUCHA, R., BOUIZAR, R., & BRAHMI, N. (2023). *Effet du séchage et son impact sur les propriétés physico-chimique et biologique des écorces d'agrumes.* Mémoire de master spécialité science alimentaire, université de Béjaia. 87 p.

Chandel, M., Kaur, S., & Kumar, S. (2011). Studies on the genoprotective/antioxidant potential of methanol extract of *Anthocephalus cadamba* (Roxb.) Miq. *J Med Plants Res*, 5(19), 4764-4770.

Chapot, H. (1962). Trois citrus marocains. *Al Awamia*, 2, 47-81.

Charnay, P., Tourmeau, J., Auzias, D., Labourdette, J.P. (2006). *Petit Futé : Practical guide to Tasting new edition*, 197.

Choi, S.-Y., Ko, H.-C., Ko, S.-Y., Hwang, J.-H., Park, J.-G., Kang, S.-H., . . . Kim, S.-J. (2007). Correlation between flavonoid content and the NO production inhibitory activity of peel extracts from various citrus fruits. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*, 30(4), 772-778.

Correia, A., Loro, A. C., Zanatta, S., Spoto, M. H. F., & Vieira, T. M. F. d. S. (2015). Effect of temperature, time, and material thickness on the dehydration process of tomato. *International journal of food science*, 2015.

D

Dias, M. G., Camões, M. F. G., & Oliveira, L. (2009). Carotenoids in traditional Portuguese fruits and vegetables. *Food Chemistry*, 113(3), 808-815.

Dictionnaire. Définition boisson. Retrieved 02/05/2024, from <https://www.le-dictionnaire.com/definition/boisson>

Références bibliographiques

Divya, A., & Solomon, P. (2016). Effects of some water quality parameters especially total coliform and fecal coliform in surface water of Chalakudy river. *Procedia Technology*, 24, 631-638.

Doyon, M., Labrecque, J., & Tamini, L. (2006). Le secteur des aliments fonctionnels : Revue des principales tendances. *Cahier de recherche CREATE*.

E

Eastman, J. E., & Moore, C. O. (1984). Cold-water-soluble granular starch for gelled food compositions. In: Google Patents.

Egbonu, A. C. C., & Osuji, C. A. (2016). Proximate compositions and antibacterial activity of Citrus sinensis (sweet orange) peel and seed extracts. *European Journal of Medicinal Plants*, 12(3), 1-7.

El-Akhal, F., Guemmouh, R., Greche, H., & El Ouali Lalami, A. (2014). Valorisation en tant que bioinsecticide de deux huiles essentielles de Citrus sinensis et Citrus aurantium cultivées au centre du Maroc (Valorization as a bio-insecticide of essential oils of Citrus sinensis and Citrus aurantium cultivated in center of Morocco). *J. Mater. Environ. Sci*, 5(S1), 2319-2324.

Ersus, S., & Cam, M. (2007). Determination of organic acids, total phenolic content, and antioxidant capacity of sour Citrus aurantium fruits. *Chemistry of Natural Compounds*, 43(5).

Escartin, I. (2011). Guide des agrumes, découvrez le chemin des plantes. Institut KLORANE, protéger explorer éduquer, 13.

F

FAOSTAT. (2022). Données sur l'alimentation et l'agriculture. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. FAO, Rome. Retrieved 23/04/2024, from <https://www.fao.org/faostat/fr/#data/QCL>

Farhat, A., Fabiano-Tixier, A.-S., El Maataoui, M., Maingonnat, J.-F., Romdhane, M., & Chemat, F. (2011). Microwave steam diffusion for extraction of essential oil from orange peel: Kinetic data, extract's global yield and mechanism. *Food Chemistry*, 125(1), 255-261. DOI : 10.1016/j.foodchem.2010.07.110

G

Références bibliographiques

- Ghafar, M., Prasad, K. N., Weng, K. K., & Ismail, A. (2010).** Flavonoid, hesperidine, total phenolic contents and antioxidant activities from Citrus species. *African Journal of Biotechnology*, 9(3).
- Ghasemi, K., Ghasemi, Y., & Ebrahimzadeh, M. A. (2009).** Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of 13 citrus species peels and tissues. *Pak J Pharm Sci*, 22(3), 277-281.
- Gornall, A. G., Bardawill, C. J., & David, M. M. (1949).** Determination of serum proteins by means of the biuret reaction. *J. biol. Chem*, 177(2), 751-766.
- Gross, J. (2012).** *Pigments in vegetables: chlorophylls and carotenoids*: Springer Science & Business Media.
- Guiraud, J., & Galzy, P. (1980).** L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. (*No Title*).

H

- HADDAD, H., BOUZID, L., & BOUDRIES, H. (2016).** *Activités antioxydantes des écorces, feuilles, pépins et de jus de citron*. Mémoire de master spécialité science alimentaire, université de Béjaia. 87 p.
- Hadjiakhoondi, A., & Baligh, N. (2005).** Practical guidance of medicinal plants. *Islamic Azad University Scientific Publication Center, Tehran*, 5-20.
- Hellal, Z. (2011).** *Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (Sardina pilchardus)*. Université Mouloud Mammeri,
- Huang, D., Ou, B., & Prior, R. L. (2005).** The chemistry behind antioxidant capacity assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(6), 1841-1856.
- Huang, R., Xia, R., Hu, L., Lu, Y., & Wang, M. (2007).** Antioxidant activity and oxygen-scavenging system in orange pulp during fruit ripening and maturation. *Scientia Horticulturae*, 113(2), 166-172.

I

- International fruit and végétale juice association (IFU Method 1A).
- ISO. (712 : 1985).** Céréales et produits céréaliers - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence pratique).
- ISO. (750 : 1998).** Produits dérivés des fruits et légumes - Détermination de l'acidité titrable.
- ISO. (1842 : 1991).** Produits dérivés des fruits et légumes - Mesurage du pH.

Références bibliographiques

- ISO. (2171 : 1980).** Céréales, légumineuses et produits dérivés - Détermination des cendres.
- ISO. (2173 : 2003).** Produits dérivés des fruits et légumes - Détermination du résidu sec soluble - Méthode réfractométrique. .
- ISO. (4832 : 2006).** Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des coliformes - Méthode par comptage des colonies.
- ISO. (4833-2 : 2013).** Microbiologie de la chaîne alimentaire - Méthode horizontale pour le dénombrement des micro-organismes - Partie 2: Comptage des colonies à 30 °C par la technique d'ensemencement en surface.
- ISO. (5498 : 1981).** Produits agricoles alimentaires - Détermination de l'indice d'insoluble dit "cellulosique" - Méthode générale.
- ISO. (21527-2 : 2008).** Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des levures et moisissures - Partie 2: Technique par comptage des colonies dans les produits à activité d'eau inférieure ou égale à 0,95.
- ISO (67.160.20), B. N.-A.,** [en ligne]. Retrieved 19/04/2024, from <https://www.iso.org/fr/ics/67.160.20/x/>

J

- Janati, S. S. F., Beheshti, H. R., Feizy, J., & Fahim, N. K. (2012).** Chemical composition of lemon (Citrus limon) and peels its considerations as animal food.
- Jeddou, K. B., Chaari, F., Maktouf, S., Nouri-Ellouz, O., Helbert, C. B., & Ghorbel, R. E. (2016).** Structural, functional, and antioxidant properties of water-soluble polysaccharides from potatoes peels. *Food Chemistry*, 205, 97-105.
- JORA. (1998).** Arrêté interministériel du 24 Janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 27 Juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaire.
- JORA. (2017).** Arrêté interministériel du 8 Chaoual 1438 correspondant au 2 Juillet 2017 modifiant et complétant l'arrêté du 25 Ramadhan 1418 correspondant au 24 Janvier 1998 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaire.

K

- Kalonji, M. (2014).** *Problématique de la consommation des boissons alcoolisées par les jeunes de la Katuba, Philosophie et Sociologie, institut Supérieur Interdiocésain Monseigneur Mulolwa – Graduat, 99p.*
- Kammoun Bejar, A., Ghanem, N., Mihoubi, D., Kechaou, N., & Boudhrioua Mihoubi, N. (2011).** Effect of infrared drying on drying kinetics, color, total phenols and water

Références bibliographiques

and oil holding capacities of orange (*Citrus sinensis*) peel and leaves. *International Journal of Food Engineering*, 7(5).

- Karou, D., Dicko, M. H., Simpore, J., & Traore, A. S. (2005).** Antioxidant and antibacterial activities of polyphenols from ethnomedicinal plants of Burkina Faso. *African Journal of Biotechnology*, 4(8), 823-828.
- Khelifi, H. (2015).** *Etudes physiologiques et génétiques de caractères morpho-physico-chimiques des fruits d'agrumes au cours de la maturation jusqu'à l'abscission.* Montpellier SupAgro; Institut national agronomique de Tunisie,
- Klimczak, I., Malecka, M., Szlachta, M., & Gliszczyńska-Świgło, A. (2007).** Effect of storage on the content of polyphenols, vitamin C and the antioxidant activity of orange juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, 20(3-4), 313-322.
- Kosalec, I., Bakmaz, M., Pepeljnjak, S., & Vladimir-Knezevic, S. (2004).** Quantitative analysis of the flavonoids in raw propolis from northern Croatia. *Acta pharmaceutica*, 54(1), 65-72.
- Küçük, M., Kolaylı, S., Karaoğlu, Ş., Ulusoy, E., Baltacı, C., & Candan, F. (2007).** Biological activities and chemical composition of three honeys of different types from Anatolia. *Food Chemistry*, 100(2), 526-534.
- Kumar, T. S., Shanmugam, S., Palvannan, T., & Kumar, M. (2008).** Evaluation of antioxidant properties of *Elaeocarpus ganitrus* Roxb. leaves.

L

- Labdaoui, M. Z. E. (2019).** *Aménagement de la lutte phytosanitaire contre les pucerons des agrumes dans le Nord-Ouest algérien en faveur d'une lutte biologique durable.* Université de Mostaganem-Abdelhamid Ibn Badis,
- Lagha-Benamrouche, S., & Madani, K. (2013).** Phenolic contents and antioxidant activity of orange varieties (*Citrus sinensis* L. and *Citrus aurantium* L.) cultivated in Algeria: Peels and leaves. *Industrial Crops and Products*, 50, 723-730.
- Lahmari, N., Fahloul, D., & Azani, I. (2012).** Influence des méthodes de séchage sur la qualité des tomates séchées (variété Zahra). *Journal of Renewable Energies*, 15(2), 285-295.
- Lawless, H. T., & Heymann, H. (2010).** *Sensory evaluation of food: principles and practices:* Springer Science & Business Media.
- Li, B., Smith, B., & Hossain, M. M. (2006).** Extraction of phenolics from citrus peels: I. Solvent extraction method. *Separation and Purification Technology*, 48(2), 182-188.

Références bibliographiques

Lu, Y., Zhang, C., Bucheli, P., & Wei, D. (2006). Citrus flavonoids in fruit and traditional Chinese medicinal food ingredients in China. *Plant Foods for Human Nutrition*, 61, 55-63.

M

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

Mabberley, D. J. (1997). A classification for edible Citrus (Rutaceae). *Telopea*, 7(2), 167-172.

Makkar, H. P., Singh, B., & Dawra, R. (1988). Effect of tannin-rich leaves of oak (*Quercus incana*) on various microbial enzyme activities of the bovine rumen. *British Journal of Nutrition*, 60(2), 287-296.

Makkar, P., Dawra, R., & Singh, B. (1988). Determination of both tannin and protein in a tannin-protein complex. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 36(3), 523-525.

Makni, M., Jemai, R., Kriaa, W., Chtourou, Y., & Fetoui, H. (2018). Citrus limon from Tunisia: Phytochemical and physicochemical properties and biological activities. *BioMed research international*, 2018.

Mamma, D., & Christakopoulos, P. (2014). Biotransformation of citrus by-products into value added products. *Waste and Biomass Valorization*, 5, 529-549.

Mark-Herbert, C. (2004). Innovation of a new product category—functional foods. *Technovation*, 24(9), 713-719.

Mehmood, B., Dar, K. K., Ali, S., Awan, U. A., Nayyer, A. Q., Ghous, T., & Andleeb, S. (2015). in vitro assessment of antioxidant, antibacterial and phytochemical analysis of peel of *Citrus sinensis*. *Pakistan journal of pharmaceutical sciences*, 28(1).

Meunier, C. (2011). Les boissons rafraîchissantes sans alcool: définition, composition et place dans les apports nutritionnels. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 46(1), H5-H12.

N

Nacz, M., & Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of chromatography A*, 1054(1-2), 95-111.

Références bibliographiques

- Nicole, T., & François, G. (2013).** *Des fruits et des graines comestibles du monde entier*: Lavoisier.
- Nicolosi, E., Deng, Z., Gentile, A., La Malfa, S., Continella, G., & Tribulato, E. (2000).** Citrus phylogeny and genetic origin of important species as investigated by molecular markers. *Theoretical and Applied Genetics*, *100*, 1155-1166. doi:doi:10.1007/s001220051419
- Niva, M. (2007).** 'All foods affect health': understandings of functional foods and healthy eating among health-oriented Finns. *Appetite*, *48*(3), 384-393.

O

- Ollitrault, P., & Navarro, L. (2012).** Citrus. *Fruit breeding*, 623-662.
- Osman, A., Wong, K., Hill, S., & Fernyhough, A. (2006).** Isolation and the characterization of the degradation products of the mediator ABTS-derived radicals formed upon reaction with polyphenols. *Biochemical and biophysical research communications*, *340*(2), 597-603.
- Othman, S. A., & Fadzil, N. F. (2021).** Utilization and valorization of Citrus Fruit by-products: A Review. *Enhanced Knowledge in Sciences and Technology*, *1*(2), 170-176.
- Özcan, M. M., Ghafoor, K., Al Juhaimi, F., Uslu, N., Babiker, E. E., Mohamed Ahmed, I. A., & Almusallam, I. A. (2021).** Influence of drying techniques on bioactive properties, phenolic compounds and fatty acid compositions of dried lemon and orange peel powders. *Journal of food science and technology*, *58*, 147-158.

P

- Pagès, J., Lê, S., & Husson, F. (2006).** A statistical approach to performance in descriptive sensory analysis. *Journal of Food Science*, *26*, 446-469.
- Panwar, D., Saini, A., Panesar, P. S., & Chopra, H. K. (2021).** Unraveling the scientific perspectives of citrus by-products utilization: Progress towards circular economy. *Trends in Food Science & Technology*, *111*, 549-562. doi:10.1016/j.jff.2022.105163
- Polese, J.-M. (2008).** *La culture des agrumes*: Editions Artemis.
- Pradal, D. (2016).** *Eco-procédés d'extraction de polyphénols antioxydants à partir d'un co-produit agro-alimentaire*. Lille 1,
- Prieto, P., Pineda, M., & Aguilar, M. (1999).** Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: specific application to the determination of vitamin E. *Analytical biochemistry*, *269*(2), 337-341.

Références bibliographiques

Putnik, P., Bursać Kovačević, D., Režek Jambrak, A., Barba, F. J., Cravotto, G., Binello, A., . . . Shpigelman, A. (2017). Innovative “green” and novel strategies for the extraction of bioactive added value compounds from citrus wastes—A review. *Molecules*, 22(5), 680. doi:<https://doi.org/10.3390/molecules22050680>

R

Rachel, F. (2015). Les agrumes saveurs et vertus. Éd. Grancher. p : 127.

Ramadan, M. F. (2010). Rapid antiradical method for screening deep fried oils. *Journal für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit*, 5, 47-50.

Raymond, L. (1989). *Les agrumes. Volume 1 Arboriculture. Paris. France. Technique et Documentation Lavoisier.* .

Ribeiro, S., Barbosa, L., Queiroz, J., Knödler, M., & Schieber, A. (2008). Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica* L.) varieties. *Food Chemistry*, 110(3), 620-626.

Ribéreau-Gayon, P. (1968). *Les Composés phénoliques des végétaux: par Pascal Ribéreau-Gayon: Dunod.*

Roberfroid, M. (2000). Defining functional foods. *Functional foods*, 9, 9-27.
doi:doi:10.1533/9781855736436.1.9

Roberfroid, M. B. (2002). Global view on functional foods: European perspectives. *British Journal of Nutrition*, 88(S2), S133-S138.

Rodriguez-Amaya, D. B. (2001). *A guide to carotenoid analysis in foods* (Vol. 71): ILSI press Washington.

S

Serra, D. D. R., & Ollitrault, P. (1992). L'amélioration des agrumes: I-Les ressources génétiques. *Fruits*, 47(spec), 115-123.

Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

Smaoui-Damak, W., Rebai, T., Berthet, B., & Hamza-Chaffai, A. (2006). Does cadmium pollution affect reproduction in the clam *Ruditapes decussatus*? A one-year case study. *Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Toxicology & Pharmacology*, 143(2), 252-261.

Références bibliographiques

- Snr., C. O. (2018).** QU'EST-CE QUE LES BOISSONS FONCTIONNELLES? Retrieved 06/05/2024, from <https://fr.linkedin.com/pulse/quest-ce-que-les-boissons-fonctionnelles-charles-okayo-snr->
- Souci, S. W., Fachmann, W., & Kraut, H. (1994).** Fruits. In : « la composition des aliments » 5 ème édition. Ed. CRC Press. 801-980.
- Spreen, T. H. (2001).** *Projections de la production et de la consommation mondiales d'agrumes en 2010.*

T

- Tajer, A. H., Siddiqi, A., Prakash J, D., Prakash, J., & SN, P. (2019).** Antioxidant properties of orange and lemon peels and their efficacy in preventing lipid peroxidation in stored oils. *Trends in phytochemical research*, 3(2), 137-146.
- Talbi, H., Boumaza, A., El-Mostafa, K., Talbi, J., & Hilali, A. (2015).** Evaluation de l'activité antioxydante et la composition physico-chimique des extraits méthanolique et aqueux de la *Nigella sativa* L. *Journal of Materials and Environmental Science*, 6(4), 1111-1117.
- Tanaka, T. (1961).** *Citologia: semi-centennial commemoration papers on Citrus studies.* Osaka: Citologia Supporting Foundation.
- Tsao Rong, T. R., & Li HongYan, L. H. (2013).** Analytical techniques for phytochemicals.

U

- Unijus.** Jus de fruits et apports nutritionnels. Retrieved 06/05/2024, from <https://unijus.org/jus-de-fruits-et-apports-nutritionnels>

V

- Vanamala, J., Reddivari, L., Yoo, K. S., Pike, L. M., & Patil, B. S. (2006).** Variation in the content of bioactive flavonoids in different brands of orange and grapefruit juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19(2-3), 157-166.

W

- Wang, L., Xu, H., Yuan, F., Fan, R., & Gao, Y. (2015).** Preparation and physicochemical properties of soluble dietary fiber from orange peel assisted by steam explosion and dilute acid soaking. *Food Chemistry*, 185, 90-98. doi:DOI: 10.1016/j.foodchem.2015.03.112

Références bibliographiques

- Wedamulla, N. E., Fan, M., Choi, Y.-J., & Kim, E.-K. (2022).** Citrus peel as a renewable bioresource: Transforming waste to food additives. *Journal of Functional Foods*, 95, 105163.
- Weststrate, J., Van Poppel, G., & Verschuren, P. (2002).** Functional foods, trends and future. *British Journal of Nutrition*, 88(S2), S233-S235.
- Wikandari, R., Nguyen, H., Millati, R., Niklasson, C., & Taherzadeh, M. J. (2015).** Improvement of biogas production from orange peel waste by leaching of limonene. *BioMed research international*, 2015. doi:<https://doi.org/10.1155/2015/494182>
- WT, S. (1967).** The botany of citrus and its wild relations. *The Citrus Industry*, 1, 190-422.
- Wu, G. A., Prochnik, S., Jenkins, J., Salse, J., Hellsten, U., Murat, F., . . . Terol, J. (2014).** Sequencing of diverse mandarin, pummelo and orange genomes reveals complex history of admixture during citrus domestication. *Nature biotechnology*, 32(7), 656-662.

X

- Xu, G., Liu, D., Chen, J., Ye, X., Ma, Y., & Shi, J. (2008).** Juice components and antioxidant capacity of citrus varieties cultivated in China. *Food Chemistry*, 106(2), 545-551.

Y

- Younis, K., Islam, R., Jahan, K., Kundu, M., & Ray, A. (2016).** Investigating the effect of mosambi (*Citrus limetta*) peel powder on physicochemical and sensory properties of cookies. *Quality assurance and safety of crops & foods*, 8(3), 393-398.

ANNEXES

Annexes

Annexe I : Composition et valeur nutritive de quelques types d'agrumes (Souci et al., 1994)

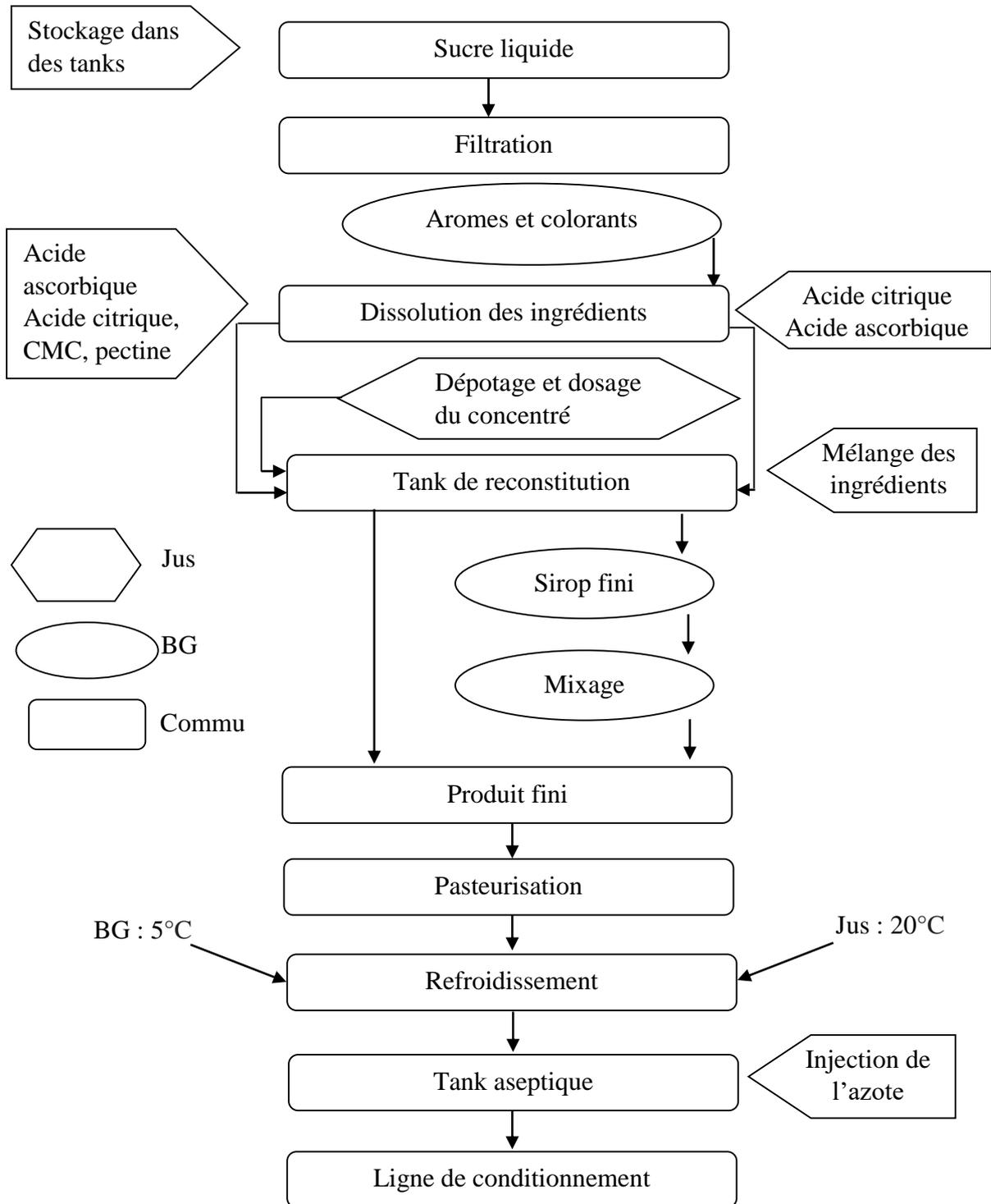
Composant	Bigarade	Citron	Clémentine	Pamplemousse
Eau (%)	85,7	90	86,9	90
Glucides (g/100g)	8,25	2,5	10,4	7,55
Lipides (g/100g)	0,2	0,2	0,2	0,1
Protides (g/100g)	1	1	0,7	0,4
Acides organiques (g/100g)	1,13	3,5 – 7,2	0,6 – 1,00	1,76
Fibres alimentaires (g /100g)	1,6	2,1	1,4	0,1
Carotène (µg)	19,83	18,5	300	14
Vitamine C (mg/100g)	49,35	129	41	33
Vitamine B1 (thiamine) (µg)	79	60	80	35
Vitamine B2 (riboflavine) (µg)	42	80	40	20
Vitamine B3 (nicotinamide) (µg)	300	400	300	200
Vitamine B5 (Ac. pantothénique) (µg)	240	319	200	189
Vitamine B6 (pyridoxine) (µg)	104	172	40	37
Vitamine B8 (biotine) (µg)	2,3	-	1	-
Vitamine B9 (Ac. folique) (µg)	42	13	26	17
Vitamine E (tocophérol) (ug)	320	240	550	110

Annexes

Annexe II : Composition nutritionnelle des jus de fruits (Unijus)

Pour 150ml	ORANGE	POMME	MULTI-FRUITES	PAMPLEMOUSSE	RAISIN	ANANAS	TOMATE
Energie (kcal)	65,6	63,6	76,1	56,3	102,2	72,8	31,2
Sucres (g)	13,1	14,5	17,4	12,8	23,3	17,4	5,8
Protéines (g)	1,05	<0,2	0,675	0,9	0,3	0,45	1,125
Matières grasses (g)	<0,2	<0,2	0,2	<0,2	<0,2	<0,2	0,05
Eau (g)	132	132,6	130,5	133,4	123,8	129,5	140,3
Vitamine C (mg)	57,5	16,5	35,3	39	Traces	14,3	24,9
Bêta-carotène (µg)	45	10,5	219	165	3,75	0	370,5
Vitamine B9 (µg)	49,8	12,3	31,5	21,8	<10	3	25,1
Potassium (mg)	256,5	145,5	244,5	193,5	157,5	199,5	394,5
Magnésium (mg)	14,7	5,9	11,7	13,1	10,8	20,7	17,4

Annexes



Annexe III : Processus de la fabrication des jus de fruits et des boissons gazeuses de la SARL « IFRI » (ANONYME, 2017a)

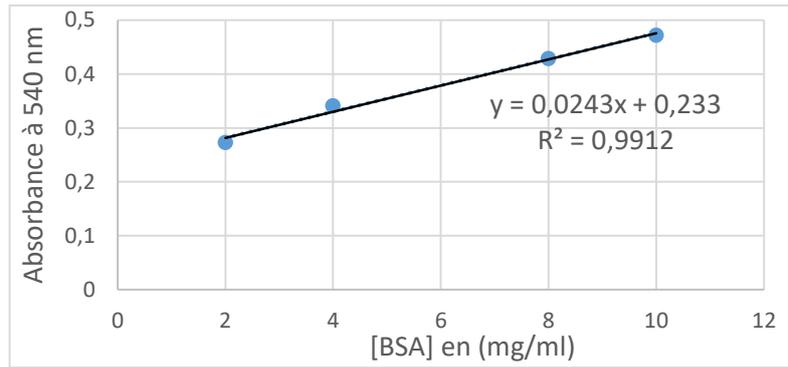
Annexes

Annexe IV : Table de correspondance pour les sucres invertis

Sucre en mg	Cuivre en mg	Sucre en mg	Cuivre en mg	Sucre en mg	Cuivre en mg
10	20,6	40	77,7	70	129,2
11	22,6	41	79,5	71	130,8
12	24,6	42	81,2	72	132,4
13	26,5	43	83	73	134
14	28,5	44	84,8	74	135,6
15	30,5	45	86,5	75	137,2
16	32,5	46	88,3	76	138,9
17	34,5	47	90,1	77	140,5
18	36,4	48	91,9	78	142,5
19	38,4	49	93,6	79	143,7
20	40,4	50	95,4	80	145,3
21	42,3	51	97,1	81	146,9
22	44,2	52	98,8	82	148,5
23	46,1	53	100,6	83	150
24	48	54	102,5	84	151,6
25	49,8	55	104	85	153,2
26	51,7	56	105,7	86	154,8
27	53,6	57	107,4	87	156,4
28	55,5	58	109,2	88	157,9
29	57,4	59	110,9	89	159,5
30	59,3	60	112,6	90	161,1
31	61,1	61	114,3	91	162,6
32	63	62	115,9	92	164,2
33	64,8	63	117,6	93	165,7
34	66,7	64	119,2	94	167,3
35	68,5	65	120,9	95	168,8
36	70,3	66	122,6	96	170,3
37	72,2	67	124,2	97	171,9
38	74	68	125,9	98	173,4
39	75	69	127,5	99	175
				100	176,5

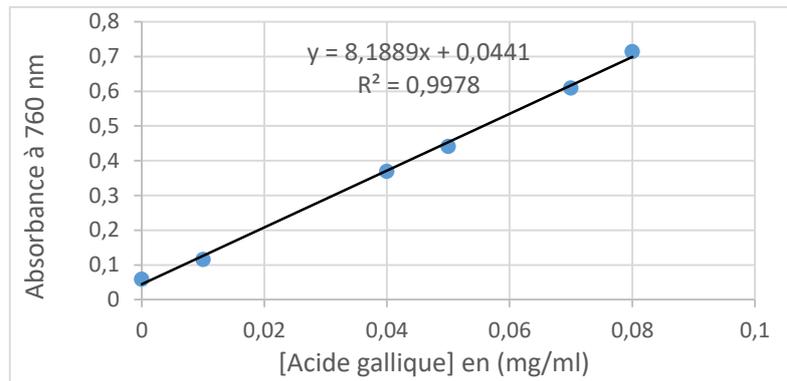
Annexes

C mg/ml	A
2	0,273
4	0,341
8	0,429
10	0,472



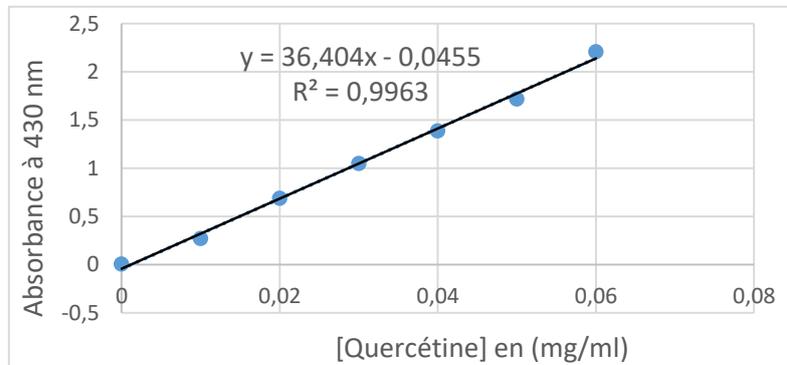
Annexe V : Courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines

C mg/ml	A
0	0,059
0,01	0,116
0,04	0,37
0,05	0,442
0,07	0,61
0,08	0,715



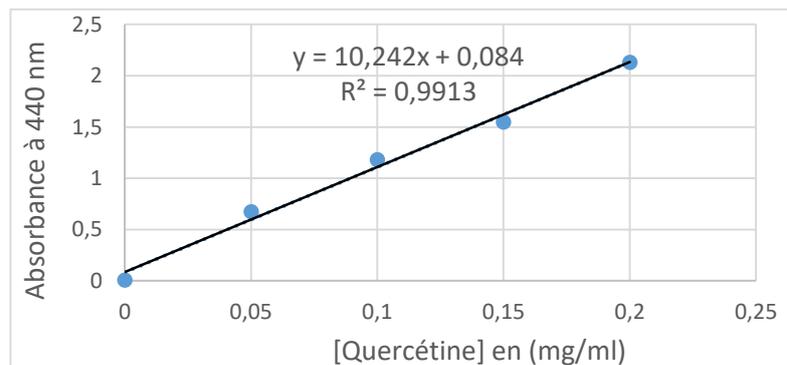
Annexe VI : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols

C mg/ml	A
0	0,006
0,01	0,271
0,02	0,689
0,03	1,05
0,04	1,386
0,05	1,716
0,06	2,208



Annexe VII : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes

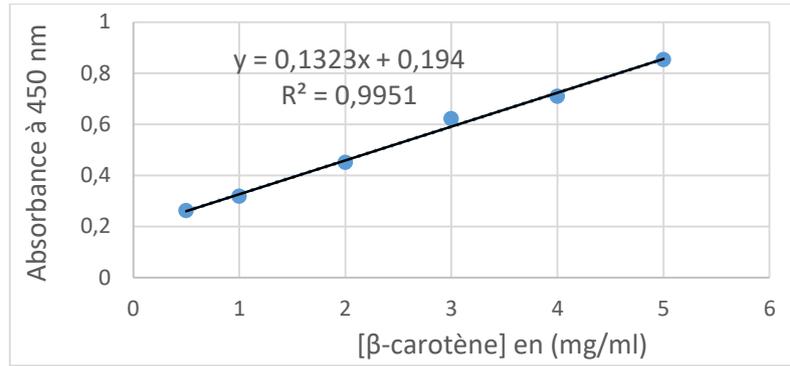
C mg/ml	A
0	0,006
0,05	0,675
0,1	1,182
0,15	1,548
0,2	2,13



Annexe VIII : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonols

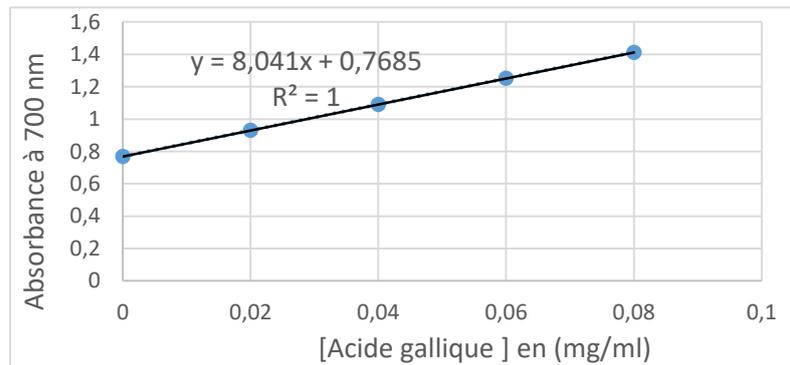
Annexes

C mg/ml	A
0,5	0,262
1	0,318
2	0,451
3	0,622
4	0,709
5	0,853



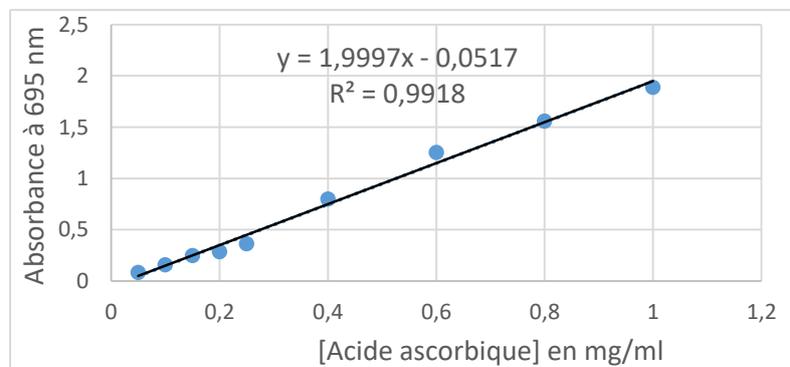
Annexe IX : Courbe d'étalonnage pour le dosage des caroténoïdes

C mg/ml	A
0	0,768
0,02	0,93
0,04	1,09
0,06	1,251
0,08	1,4116



Annexe X : Courbe d'étalonnage pour le dosage du pouvoir réducteur

C mg/ml	Abs
0,05	0,082
0,1	0,159
0,15	0,247
0,2	0,286
0,25	0,362
0,4	0,798
0,6	1,253
0,8	1,559
1	1,888



Annexe XI : Courbe d'étalonnage pour le dosage du test phosphomolybdate

Annexes

Annexe XII : Valeurs nutritionnelles moyenne pour 100 ml de jus industriels utilisés pour la formulation

	Nectar de mangue	Jus d'orange (100% naturel)	Jus de raisin blanc et de citron (100% naturel)
Énergie (Kcal/Kj)	44/184	37,3/156,7	62/259
Protéines (g)	0,2	0,9	0,11
Glucides (g)	10,8	8,23	15,2
Dont sucres (g)	10,4	7,88	14,4
Lipides (g)	Traces	0,09	0,13
Dont saturés (g)	0	0	0
Fibres (g)	-	0,15	0,06
Sel (g)	0	0,03	0,007
Vitamine C (mg)	-	32,37	5,23
Vitamine A (µg)	-	155,58	-
Phénols totaux (mg)	-	146,88	19,48
Flavonoïdes (mg)	-	72,57	6,4
Caroténoïdes (mg)	-	-	8,66



Annexe XIII : Déroulement de l'analyse sensorielle

Annexe XIV : Questionnaire d'évaluation sensorielle

QUESTIONNAIRE D'ÉVALUATION SENSORIELLE

Nom : Prénom : Date : / /2024

Age : Sexe : Masculin Féminin

A/ ANALYSE SENSORIELLE :

Dans le cadre d'une analyse sensorielle des boissons, des échantillons codés vous sont présentés. Examinez et goûtez les échantillons, puis vous noterez l'intensité de chacun sur une échelle de 1 (très intense) à 5 (très peu intense), et dans le cas où l'attribut n'est pas détecté dans le produit, mettez 0.

NB : Veuillez rincer votre bouche à chaque dégustation d'un échantillon.

Code d'échantillon	100	150	200	300	400	500
Couleur						
Odeur						
Goût sucré						
Arrière-goût						
Texture en bouche						
Saveur acide						

Fruit identifié (citez le) :

.....

B/ ANALYSE HEDONIQUE :

Etes-vous des consommateurs amateurs d'agrumes ?

Oui

Non

1/ Test de préférence :

Donnez une note de préférence de 1 à 7 pour chaque échantillon

Annexes

- 1 → Ce produit me plaît énormément
- 2 → Ce produit me plaît beaucoup
- 3 → Ce produit me plaît
- 4 → Ce produit ni ne me plaît ni ne me déplaît
- 5 → Ce produit me déplaît
- 6 → Ce produit me déplaît beaucoup
- 7 → Ce produit me déplaît énormément

Code d'échantillon	100	150	200	300	400	500
Note donnée						

2/ Paramètres ayant motivé votre préférence :

Quels sont les caractéristiques organoleptiques qui ont motivé votre préférence ?

Exprimez votre avis en mettant une croix sur le ou les descripteurs choisis.

- 1 → La couleur
- 2 → L'odeur
- 3 → Le goût
- 4 → La texture
- 5 → L'acidité
- 6 → Autres (citez-les)

.....

Merci pour votre participation 😊

Annexes

Annexe XV : La contenance des jus industriels utilisés pour la formulation en composés phytochimiques

	Nectar de mangue	Jus d'orange	Jus de citron
Polyphénols (mg/100g)	12,27	23,76	12,93
Flavonoïdes (mg/100g)	4,22	4,63	0,95
Flavonols (mg/100g)	9,72	10,01	15,51
Tanins (mg/100g)	1087,15	942,87	625,94
Caroténoïdes (mg/100g)	409,63	279,39	55,73

Annexe XVI : Résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées à t=7 jours stockées sous réfrigération à 4°C

Type d'analyse Les échantillons	Recherche de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)	Recherche des coliformes	Recherche des levures et moisissures	Recherche des levures osmophiles
Boisson (1)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (2)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (3)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (4)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (5)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (6)	Absence	Absence	Absence	Absence
NORMES	Absence (JORA, 1998)	Absence (JORA, 1998)	10 à 10 ² UFC/g (JORA, 2017)	<20 dans 100ml (JORA, 1998)

Annexe XVII : Résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées à t=14 jours stockées sous réfrigération à 4°C

Type d'analyse Les échantillons	Recherche de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)	Recherche des coliformes	Recherche des levures et moisissures	Recherche des levures osmophiles
Boisson (1)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (2)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (3)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (4)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (5)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (6)	Absence	Absence	Absence	Absence
NORMES	Absence (JORA, 1998)	Absence (JORA, 1998)	10 à 10 ² UFC/g (JORA, 2017)	<20 dans 100ml (JORA, 1998)

Annexes

Annexe XVIII : Résultats des analyses microbiologiques des boissons formulées à t=21 jours stockées sous réfrigération à 4°C

Type d'analyse Les échantillons	Recherche de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)	Recherche des coliformes	Recherche des levures et moisissures	Recherche des levures osmophiles
Boisson (1)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (2)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (3)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (4)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (5)	Absence	Absence	Absence	Absence
Boisson (6)	Absence	Absence	Absence	Absence
NORMES	Absence (JORA, 1998)	Absence (JORA, 1998)	10 à 10 ² UFC/g (JORA, 2017)	<20 dans 100ml (JORA, 1998)

Résumé

Ce projet vise la valorisation des écorces d'agrumes, telles que celles de l'orange amère et du citron doux, en les utilisant comme ingrédient clé pour créer une boisson fonctionnelle. En intégrant la poudre d'écorce d'agrumes dans une boisson, nous cherchons à améliorer la qualité nutritionnelle de celle-ci en augmentant sa teneur en antioxydants naturels, en sucre et en couleur. Pour atteindre cet objectif, nous avons commencé par l'incorporation de la poudre d'écorce d'agrumes dans des jus industriels, puis nous avons évalué la qualité des formulations obtenues à travers différentes analyses : physicochimiques, phytochimiques, microbiologiques et sensorielles. Les résultats de nos analyses démontrent que l'addition de la poudre d'écorce d'agrumes aux jus conduit à une augmentation des composés chimiques tels que les fibres et les glucides, ainsi que des composés phytochimiques comme les polyphénols, les tanins et les caroténoïdes. Cette augmentation se traduit par une activité antioxydante accrue, enrichissant ainsi la composition nutritionnelle de la boisson en lui conférant des bienfaits pour la santé humaine.

Mots clés : valorisation, écorces d'agrumes, orange amère, citron doux, boisson fonctionnelle, antioxydants, activité antioxydante, santé.

Abstract

This project aims the valorization of citrus peels, such as bitter orange and sweet lemon, using it as a key ingredient to create a functional drink. By incorporating citrus peel powder into a drink, we seek to improve the nutritional quality of the drink by increasing its content of natural antioxidants, sugar and color. To achieve this goal, we started with the incorporation of citrus peel powder into industrial juices, and then we evaluated the quality of the formulations obtained through different analyses: physicochemical, phytochemical, microbiological and sensory. The results of our analyses demonstrate that the addition of citrus peel powder to juices leads to an increase in chemical compounds such as fiber and carbohydrates, as well as phytochemicals such as polyphenols, tannins and carotenoids. This increase results in increased antioxidant activity, enriching the nutritional composition of the beverage by providing it with human health benefits.

Key words : valorization, citrus peel, bitter orange, sweet lemon, functional drink, antioxidants, antioxidant activity, health.