

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Conservation des aliments et emballages



Réf:.....

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

MASTER

Thème

**Conception d'un emballage bio actif à base de la valorisation
d'écorces d'agrumes**

Présenté par :

OUMAKHLOUF Syphax

Soutenu le : 01/07/2025

Devant le jury composé de :

Mme. SIDANE Djahida	MCB	Présidente
Mme. BRAHMI Nabila	MCA	Promotrice
Mme. BENMERAD Chadia	MCA	Examinatrice
Mlle. BOUIZAR Roukia	DOC	Co-encadrant

Année universitaire : 2024 / 2025

Remerciements

L'aboutissement de ce mémoire n'est pas le fruit du travail d'une seule personne, mais le résultat d'un échange d'idées et de la collaboration de nombreuses personnes, que nous tenons à remercier.

*Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude envers le Tout-Puissant **ALLAH** de nous avoir donné la force et la capacité de mener à bien ce travail.*

*Je souhaite ensuite adresser mes plus sincères remerciements et ma plus profonde gratitude à mon encadrante, **Mme BRAHMI Nabila**, pour ses conseils, ses encouragements, sa patience et ses précieux commentaires. Sans son soutien et son implication, ce mémoire n'aurait pas pu voir le jour.*

*Je tiens également à exprimer mes remerciements à **Mlle BOUIZAR Roukia** pour le précieux temps qu'elle m'a consacré, pour son soutien constant, dès le début de ce travail.*

*Je remercie **Mme BENMERAD Chadia** pour sa contribution et sa précieuse aide.*

*J'aimerais aussi exprimer d'avance **mes plus vifs remerciements** aux **membres du jury**, d'avoir accepté d'évaluer ce mémoire et pour le temps qu'ils y ont consacré. Leurs questions et leurs commentaires constructifs sont essentiels pour la qualité de mon travail et ma progression future.*

*Je remercie l'ensemble du **LBBBS**, des ingénieurs aux doctorants, pour la merveilleuse expérience, et leur aide.*

Je me dois de reconnaître la dette que j'ai envers ma famille et mes amis, ainsi que tous ceux qui m'ont aidés et soutenus pour accomplir ce travail.



Dédicaces

Je dédie ce travail à ma famille, en particulier à **mes parents**, mon pilier. Et, à mes deux sœurs **Thiziri** et **Fella**, mes complices et mes meilleures amies. Votre soutien inconditionnel et vos encouragements m'ont toujours inspiré à donner le meilleur de moi-même. Votre présence m'a été précieuse tout au long de ce parcours. Je vous suis profondément reconnaissant et j'espère vous rendre fiers.

À mon frère et ami de route, **Yakhou Abdelouahab**, pour sa présence constante et son soutien inébranlable qui m'ont permis de surmonter les moments difficiles.

À **Ferhat**, **Meziane**, **Juba**, et tous mes ami(e)s,

Merci d'avoir cru en moi et d'avoir été là pour moi.

Je vous suis très reconnaissant.



Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Glossaire

Introduction 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les écorces d'agrumes

1. Généralités sur les agrumes	3
2. Classification botanique	3
3. Catégories d'agrumes	4
4. Généralités sur les écorces	5
5. Structure des écorces	6
6. Description des fruits du genre <i>Citrus</i> étudiés : <i>Citrus aurantium</i> (orange amère)	6
7. Valorisation des écorces d'agrumes	7

Chapitre II : Généralités sur les emballages alimentaires et bioactifs

1. Généralité sur l'emballage alimentaire	9
2. Méthodes pour créer des films et enrobage alimentaires	15
3. Définition de l'emballage bioactif.....	16
4. Films et enrobages bioactifs.....	16
5. Effet de l'ajout des substances bioactifs	16

Étude expérimentale

Chapitre III : Matériel et méthodes

1. Préparation de l'échantillon.....	17
2. Caractérisation de la poudre des écorces d'agrumes.....	18
3. Formation de la solution d'enrobage.....	25
4. Préparation de la solution de film	26
5. Détermination des propriétés phytochimiques	28

6. Détermination des activités antioxydantes des films	30
7. Analyse statistique.....	31

Chapitre IV : Résultats et discussion

1. Caractérisations physico-chimiques de poudre	32
2. Propriétés phytochimiques de la poudre	32
3. Activités antioxydantes des poudres d'écorces	33
4. Spectre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	36
5. Évaluation de l'impact d'un enrobage sur la qualité des fraises	38
6. Caractéristiques phytochimiques et antioxydantes des films	40
7. Spectre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) du film	44
Conclusion	47

Références bibliographiques

Annexes

Liste des Abréviations

ABTS : Acide 2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique)

Ac : Absorbance de contrôle

Ae : Absorbance de l'échantillon

AlCl₃ : Trichlorure d'Aluminium

C° : Degré Celsius

cm⁻¹ : Centimètre inverse/nombre d'onde

DPPH° : DiPhényl-PicrylHydrazyle (2,2-DiPhényl-1-PicrylHydrazyle)

EAA : Équivalent Acide Ascorbique

FTIR : Spectre Infrarouge à Transformée de Fourier

g : Gramme

GAE : Équivalent Acide Gallique

IR : Infra Rouge

ISO : Organisation Internationale de Normalisation

mg : Milligrammes

min : Minute

ml : Millilitre

MS : Matière Sèche

% : Pourcentage

PEch : Poids de l'échantillon

Pf : Poids finale

Pi : Poids initiale

QE : Équivalent Quercétine

rpm : Révolutions per minute (tour par minute)

Liste des figures

Figure 1: Catégories des agrumes.	5
Figure 2: Coupe transversale schématique d'un agrume typique (l'orange) (a) et détail (b)	6
Figure 3: L'importance de l'emballage dans l'alimentation.	9
Figure 4: Matériaux d'emballages	10
Figure 5: Interaction aliment-emballage (Debeaufort & Kurek, 2017).	10
Figure 6: Défis à relever pour l'emballage alimentaire (Gontard et al., 2017).	12
Figure 7: Attendus de l'innovation en emballage alimentaire (Gontard et al., 2017).	12
Figure 8: Principe d'emballage actif.	13
Figure 9: Trois grandes catégories d'emballage actifs.	14
Figure 10: Différents objectifs de l'enrobage.	15
Figure 11: Méthodes de formation des films et enrobage.	16
Figure 12: Epluchage des écorces d'agrumes.	17
Figure 13: Séchage des écorces a étuve 40C°.	17
Figure 14: Poudre obtenue par le broyage et tamisage des écorces d'agrumes.	18
Figure 15: Détermination de taux d'humidité et de matière sèche.	18
Figure 16: Préparation de la pastille.	19
Figure 17: Dosage des polyphénols.	20
Figure 18: Dosage des flavonoïdes.	21
Figure 19: Détermination du pouvoir réducteur.	22
Figure 20: Détermination de l'activité anti-radicalaire DPPH.	23
Figure 21: Détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS+.	24
Figure 22: Evaluation du pouvoir antioxydant par le test au phosphomolybdate d'ammonium.	25
Figure 23: Préparation de la solution d'enrobage.	26
Figure 24: Schéma du mode opératoire de préparation de la solution d'enrobage.	26
Figure 25: Préparation du film en fonction de la concentration en poudre.	27
Figure 26: Dosage des polyphénols de solution du film.	29
Figure 27: Dosage des flavonoïdes de solution du film.	29
Figure 28: Détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS+ de solution du film.	30
Figure 29: Détermination du pouvoir réducteur de solution du film.	31
Figure 30: Teneur en TPC et TFC des écorces de bigarade.	33
Figure 31: Activité anti-radicalaire DPPH+ et activité anti-oxydant par le test ABTS.	34

Figure 32: Pouvoir réducteur et test au phosphomolybdate d'ammonium.	35
Figure 33: Spectre infra-rouge de poudre de bigarade.	36
Figure 34: Suivi de l'effet de l'enrobage sur les phrases.	39
Figure 35 : Préparation des films à base de pectine a différentes concentrations de poudre. .	41
Figure 36 : Spectres infra-rouge des différentes solutions de film enrichis en poudre d'écorces de bigarade.	45

Liste des tableaux

Tableau I : Classification botanique des agrumes (Raymond,1989).	3
Tableau II: Quelques principales applications d’emballages actifs (Restuccia et al., 2010)	14
Tableau III : Exemple d’ingrédients d’enrobage (Royer, 2012)	15
Tableau IV : Pourcentages d'inhibition du radical ABTS à différentes concentrations en poudre.	43

Glossaire

Antioxydant : Substance qui protège les cellules des dommages causés par les radicaux libres. Les composés antioxydants des écorces d'agrumes sont d'un grand intérêt pour les emballages bioactifs.

Bigarade (*Citrus aurantium*) : Également appelée orange amère, une espèce d'agrumes dont les écorces sont souvent valorisées pour leurs composés bioactifs.

Emballage actif : Emballage qui interagit positivement avec l'aliment ou son environnement pour prolonger la durée de conservation ou améliorer la sécurité alimentaire, par exemple en absorbant l'oxygène ou en libérant des substances.

Emballage bioactif : Un type d'emballage actif qui intègre des substances biologiques actives (comme des antioxydants ou des antimicrobiens issus de sources naturelles) pour améliorer la qualité et la sécurité du produit emballé.

Extraction : Procédé de séparation d'une substance d'une matrice (ici, les composés bioactifs des écorces d'agrumes) à l'aide d'un solvant ou d'autres méthodes.

Film alimentaire : Fine couche de matériau, souvent polymérique, utilisée pour envelopper les aliments afin de les protéger de l'environnement extérieur et de prolonger leur durée de vie.

Migration : Transfert de substances de l'emballage vers l'aliment. Dans le cas des emballages bioactifs, on cherche une migration contrôlée des substances actives vers l'aliment.

Radicaux libres : Molécules très réactives et instables qui peuvent endommager les cellules et provoquer l'oxydation des aliments. Les antioxydants les neutralisent.

DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyle) : Un radical libre très stable, utilisé dans un essai colorimétrique pour estimer le potentiel antioxydant d'une substance, en évaluant sa faculté de neutraliser ce radical.

ABTS (Acide 2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)) : L'ABTS est une abréviation couramment utilisée en chimie et en biochimie, en particulier dans les tests d'activité antioxydante. Pour en saisir le "sens", décomposons son nom chimique complet : **2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)**.

- **2,2'-azino-** : Cette partie du nom fait référence à un groupe diazényle ($-N=N-$) qui relie deux unités moléculaires identiques. Le "2,2'" indique les positions sur les cycles respectifs où ce pont azino est attaché.
- **bis-** : Ce préfixe signifie "deux" ou "deux fois", indiquant qu'il y a deux parties **identiques** dans la molécule. Dans ce cas, il s'agit de deux unités "3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique".
- **3-éthylbenzothiazoline** : C'est le système de cycle hétérocyclique central.
 - **benzo-** : Implique un cycle benzénique fusionné.
 - **thiazoline** : Un cycle à cinq chaînons contenant à la fois des atomes de soufre (thia-) et d'azote (aza-), avec une double liaison.
 - **3-éthyl** : Un groupe éthyle ($-CH_2CH_3$) attaché à l'atome d'azote en position 3 du cycle thiazoline.
- **6-sulfonique** : Cela indique la présence d'un groupe acide sulfonique ($-SO_3H$) attaché en position 6 de la structure benzothiazoline. Ce groupe est crucial pour rendre l'ABTS soluble dans l'eau.

Introduction

Introduction

Aujourd'hui, la demande en produits alimentaires augmente, tout comme les exigences en matière de sécurité, de qualité et de respect de l'environnement. L'innovation dans les emballages alimentaires est nécessaire, car les emballages traditionnels protégeant les aliments, mais ne suffisent pas à prolonger la durée de conservation ni préserver leurs qualités organoleptiques (Severin et al., 2011).

L'emballage bioactif est une solution innovante. Contrairement aux emballages classiques, il interagit avec les aliments en libérant des agents bénéfiques (comme des antioxydants ou antimicrobiens) ou en éliminant des substances indésirables. Cela permet d'améliorer la conservation, de réduire le gaspillage et d'assurer une meilleure sécurité alimentaire. Ces emballages représentent un progrès important dans les matériaux alimentaires, car ils offrent des fonctions actives au-delà de la simple protection (Severin et al., 2011 ; Quintavalla & Vicini, 2002).

L'industrie agroalimentaire produit beaucoup de sous-produits, notamment les écorces d'agrumes, qui sont souvent peu utilisées. Pourtant, ces déchets contiennent des composés bioactifs comme les polyphénols et les flavonoïdes, connus pour leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes (Wang et al., 2008 ; Tsao & Li, 2013). L'orange amère (*Citrus aurantium*), très cultivée, est riche en substances phytochimiques, ce qui en fait une ressource intéressante à valoriser dans une démarche d'économie circulaire et de développement durable (Lagha-Benamrouche et Madani, 2013 ; Gorinstein et al., 2014 ; Moussa et al., 2015). Cette valorisation permet de réduire les déchets agricoles tout en produisant des matériaux à forte valeur ajoutée, avec un bénéfice environnemental et économique.

La problématique principale de ce travail est donc de déterminer si l'incorporation des composés bioactifs de poudre des écorces d'orange amère dans une matrice d'emballage peut ajouter à ce dernier des propriétés bioactives capables d'améliorer la conservation des aliments.

L'objectif principal est la conception et la caractérisation d'un emballage bioactif à base de cette poudre, afin de favoriser l'innovation dans les emballages alimentaires, de réduire les déchets agricoles et d'exploiter durablement les ressources naturelles pour des usages écologiques et efficaces.

Pour cela, nous avons étudié l'activité antioxydante des écorces de *Citrus aurantium* sur le et phytochimique, en quantifiant notamment les polyphénols et les flavonoïdes. Ensuite, une solution d'enrobage à base de pectine et de gélatine a été préparée, dans laquelle la poudre d'écorces a été incorporée.

Introduction

En second, différentes méthodes d'intégration de cette poudre dans des films d'emballage à base de pectine seule ont été testées, suivies d'une évaluation de leur activité antioxydante, de leur composition phytochimique et d'une analyse par spectroscopie FTIR (**Benbettaieb, 2015 ; Simon & Schulte, 2017**).

Ce travail est structuré en trois chapitres : une revue bibliographique détaillée sur les emballages bioactifs et les composés des écorces d'agrumes, une description précise du matériel et méthodes expérimentales, la présentation et la discussion approfondie des résultats obtenus, ainsi qu'une conclusion générale qui met en avant les avancées réalisées et propose des pistes pour des recherches futures. Chaque partie contribue ainsi à répondre de manière cohérente à la problématique posée.

Synthèse bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les écorces d'agrumes

1. Généralités sur les agrumes

Les agrumes, connus scientifiquement sous le nom de *Citrus*, sont des fruits issus d'arbres appartenant à la famille des *Rutaceae* (Spiegel-Roy et Goldschmidt, 1996). Le mot agrume vient de latin *Agrimen*, qui signifie acide, une caractéristique bien connue de ces fruits.

Les agrumes trouvent leurs origines dans les régions tropicales et subtropicales, où ils étaient déjà cultivés en Chine et en Inde il y a environ 4200 ans avant J-C. Cependant, leur diffusion à travers le monde a été lente. Par exemple, ce n'est qu'au XII^e siècle que le bigaradier et l'orange ont été introduits dans le bassin méditerranéen. Le mandarinier, quant à lui, n'a fait son apparition dans cette région que bien plus tard, au XIX^e siècle (Bouzouina, 2013, Chabane et Bouchoucha, 2023).

2. Classification botanique

La classification botanique des agrumes a été décrite par Raymond, (1989) est présentée dans le tableau ci-dessous (Tableau 1).

Tableau I : Classification botanique des agrumes (Raymond,1989).

Catégories	Classifications
Règne	Végétal
Embranchement	<i>Spermaphytes</i>
Classe	<i>Dicotylédones</i>
Ordre	<i>Géraniale</i>
Famille	<i>Rutacée</i>
Sous-famille	<i>Aurantioideae</i>
Tribu	<i>Citreae</i>
Sous-tribus	<i>Citrinae</i>
Groupe	<i>Eucitrus</i>
Principaux genres	<i>Fortunella, Poncirus, Citrus</i>

Selon cette classification, les agrumes appartiennent à la famille *retaceae*, tribu des *Citreae*, classe des *Dicotyledoneae*. Il existe plusieurs genres d'agrumes tels que *poncirus*, *fortunelle* et *citrus*. Parmi ces genres, *citrus* est le plus important, car il regroupe les principales espèces cultivées. Les différentes espèces de *citrus* incluent les oranges douce (*Citrus sinensis*) ; les

mandarines (*Citrus reticulata*) ; les clémentines (*Citrus clementina*) ; les citronniers (*Citrus limon*) ; et les pamplemousses (*Citrus paradisi*). (M'hiri, 2015).

3. Catégories d'agrumes

Le genre *Citrus* est complexe et varie selon les chercheurs (16 à 159 espèces) en raison de l'hybridation et des variations clonales. Parmi les variétés les plus connues, on trouve *Citrus sinensis* (orange douce), *Citrus aurantium* (orange amère), *Citrus Medica* (citron), *Citrus reticulata* (mandarine) et *Citrus paradisi* (Pamplemousse) (Richa et al., 2023b, Kourou et Idris, 2024). Tous ces catégories sont représentées dans la figure 01.

3.1. Orange douce

L'orange douce, originaire de l'Asie du Sud-Est, est un fruit aux formes et saveurs variées, du rond à l'ovale, sucré ou acidulé. Elle résulte d'un croisement entre le pomelo et la mandarine, possède 9 à 12 segments et une chair souvent sans graines. Utilisée fraîche ou en jus, elle est également importante en médecine traditionnelle chinoise en raison de ses nombreuses propriétés (Dongre et al., 2023, Richa et al., 2023b).

3.2. Orange amère

L'orange amère (*Citrus aurantium*) est un arbre de 4 à 5 mètres originaire de l'Asie du Sud-Est, apprécié pour son feuillage parfumé. Ses fruits, à chair acidulée et zeste amer, sont utilisés en desserts et pour leurs huiles essentielles, qui servent d'arômes dans divers produits alimentaires (Allais, 2009, De Santis & Frangipane, 2020).

3.3. Citron

Le citronnier est un petit arbre de 2,5 à 3 mètres, identifiable par son feuillage persistant lancéolé et ses fleurs blanches teintées de violet. Son fruit, le citron, est une baie ovale, verte à l'immaturité et jaune à maturité, avec une pulpe juteuse et très acide, divisée en segments (Klimek-Szczykutowicz et al., 2020).

3.4. Mandarine

La mandarine, est un arbuste épineux tropical de 2 à 8 mètres, cultivé pour son fruit sucré et rafraîchissant, jaune-orangé à maturité. (Al Riza et al., 2023). Son feuillage persistant vert foncé, ses fleurs blanches parfumées et ses fruits ovales aplatis à la chair dorée (Musara et al., 2020).

3.5. Pamplemousse

Le pamplemousse est un hybride naturel issu de croisement entre le pamplemousse et l'orange douce, reconnu pour ses propriétés nutritionnelles et antioxydantes. Il se caractérise par sa pulpe rouge et sa richesse en Flavanones tels que le narirutine et la naringine. Ce fruit apprécié pour ses bienfaits pour la santé et sa divers utilisation (**Kumar et al., 2020**).



a: Orange douce



b: Orange amère



c: Citron



d: Mandarines



e: Le pamplemousse

Figure 1: Catégories des agrumes.

4. Généralités sur les écorces

Les écorce d'agrumes est un élément fonctionnel constituée de plusieurs composés bénéfiques (Huile essentielle, fibres, caroténoïdes, vitamine C et des composés phénoliques). Ces éléments lui permettre d'être utilisée dans divers domaines, allant de l'alimentation aux cosmétiques, en passant par la santé et la production des biocarburants (**Ledesmaet al., 2014 ; Amira& Haddad, 2024**).

Par ailleurs, les déchets des écorces d'agrumes sont riches en composés phytochimiques, notamment les polyphénols, connus pour leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes. Leur valorisation pourrait offrir des avantages significatifs (**Ogo et al., 2024, Kourou et Idris, 2024**).

5. Structure des écorces

Les écorces d'agrumes constituent de deux couches, une couche externe coloré appelé **flavédo** et une couche interne blanche appelé **Albédo** (**Figure 2**). Ces deux couches occupent 50% du poids du fruit (**Multari et al., 2021, Kourou et Idris, 2024**).

Biologiquement, les agrumes sont des fruits charnus avec des écorces à l'extérieur. Sa forme se comporte de trois parties :

L'**exocarpe** nommé **Flavédo**, est la surface externe du fruit riche en pigment caroténoïdes responsable de leur couleur. Le **mésocarpe** nommé **Flavédo Albédo** et l'**endocarpe** (pulpe). Il est constitué de plusieurs glandes qui répartis d'une manière irrégulière, libèrent des essences aromatiques. (**Ramful, 2010, Amira,et HADDAD, 2024**).

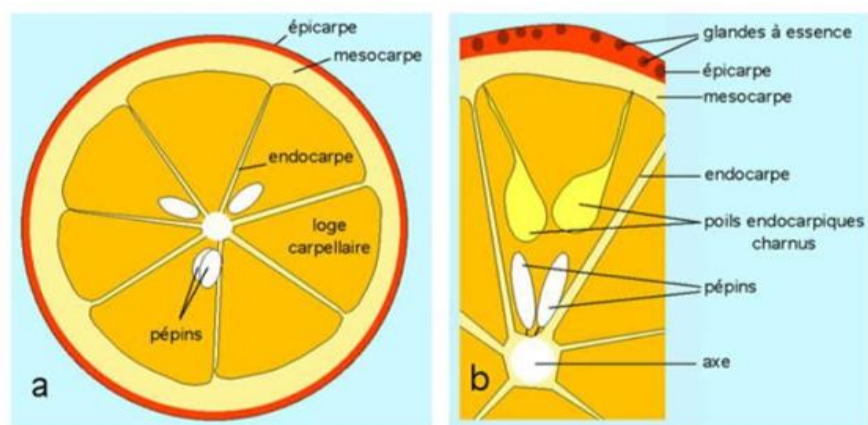


Figure 2: Coupe transversale schématique d'un agrume typique (l'orange) (a) et détail (b)

6. Description des fruits du genre *Citrus* étudiés : *Citrus aurantium* (orange amère)

D'après **Li et al. (2023)** :

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

Nom scientifique : *Citrus aurantium*

Origine : Subtropicale, Asie du sud-Est

Utilisations : Médecine traditionnelle chinoise (feuilles), Produits cosmétiques (fleurs), Propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes.

Citrus aurantium L., ou bigaradier, est un agrume de la famille des *Rutaceae*, considéré comme un hybride entre le pamplemoussier et le mandarinier (**Escartin, 2011 Wu et al. 2014**). Cet arbrisseau mesure entre 5 et 10 mètres de hauteur, résiste à des températures allant jusqu'à -10°C et tolère le calcaire (**Bousbia, 2011**). Ses feuilles ovales sont vert-brillant, avec un goût

amer et une faible odeur. Les grandes fleurs blanches, odorantes, ont 5 pétales et jusqu'à 25 étamines **(Nicole et François 2013)**. Le fruit, appelé bigarade, est une baie rugueuse de 7 à 8 cm de diamètre, verte à jaune ou rouge-orangé à maturité, contenant de nombreuses graines et une chair acide et amère, inadaptée à la consommation **(Polese, 2008 ; Allais, 2009 ; Escartin 2011)**.

6.1. Propriétés thérapeutiques

Les agrumes sont appréciés pour leurs propriétés thérapeutiques, dues à la diversité de leur composant actifs utilisée dans différents domaines **(Shohaib, 2011 ; Amira & Haddad, 2024)** La bigarade possède un effet thérapeutique significatif, parmi ses propriétés **(Santos, 2011)** :

- Amélioration de la circulation sanguine (Flavonoïdes),
- Réduction du cholestérol (La naringine),
- Action antibactérienne (Huiles essentielles),
- Renforcement du système immunitaire (Flavonoïdes),
- Effet calmant (Feuilles et Fleurs),
- Réduction des réactions allergiques (Flavonoïdes),
- Protection contre les dommages cellulaires (Flavonoïdes),
- Stimulation de l'appétit (Zestes).

6.2. Composition globale des écorces d'agrumes

La composition chimique des écorces d'agrumes varie selon la variété et les conditions climatiques **(M'Hiri, 2015)**. Des études récentes montrent qu'elles sont riches en nutriments et en composés bioactifs, tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les huiles essentielles (D-limonène, α -pinène, α -terpinolène), les fibres diététiques et des pigments comme les caroténoïdes et les anthocyanes **(Wanget al. 2008 ; M'Hir, 2015)**. Elles contiennent également des sucres solubles (6,52-47,81 g/100 g bs), des protéines (1,79-9,06 g/100 g bs) et des minéraux (2,52-10,03 g/100 g bs), y compris des minéraux majeurs (Ca, Mg, K, Na) et mineurs (Zn, Fe, Cu) **(M'Hiri 2015 ; Farha et al. 2011 ; Ghanem et al. 2011)**. Les lipides sont présents en très faible quantité (0,48 à 4 g/100 g bs) **(Farhat et al. 2011 ; Ghanem et al. 2011)**.

7. Valorisation des écorces d'agrumes

La valorisation des déchets consiste à les recycler pour créer de nouvelles matières premières, utilisées ensuite pour produire de nouveaux biens. Ce processus, qui allie innovation et

techniques chimiques ou biotechnologiques, permet de réutiliser des déchets agricoles et alimentaires (**Chandrasekaran, 2012**). Il génère une valeur économique en créant des produits et une valeur écologique en réduisant les déchets et la pollution (**Addou, 2009**). C'est une solution durable pour transformer les déchets en ressources utiles (**Amira et HADDAD, 2024**).

7.1.Défauts techniques et économiques de la valorisation des écorces d'agrumes

La valorisation des écorces d'agrumes présente plusieurs défis techniques et économiques. Sur le plan technique, le traitement et la conservation des écorces sont compliqués par l'utilisation de pesticides et la variabilité de leur composition, ce qui rend le séchage coûteux et complexe (**HUET et LEDERGERBER, 1964**). De plus, l'extraction sélective des composés chimiques essentiels nécessite des techniques souvent onéreuses, ce qui augmente les coûts de valorisation (**LIOUANE, 2015**). En outre, les procédés de valorisation génèrent des déchets, ce qui impose la nécessité de minimiser leur impact environnemental.

D'un point de vue économique, les coûts de collecte et de transport des écorces sont élevés, et la difficulté de tri nécessite des investissements importants pour la transformation (**HUET, 1964**). Il est également crucial de choisir des technologies adaptées pour garantir la durabilité et réduire les coûts tout en atteignant la rentabilité, tout en minimisant les déchets (**M'HIRI, 2015**). Enfin, l'innovation et le développement de nouveaux marchés sont essentiels, mais ils sont souvent freinés par des coûts élevés et un manque de débouchés, nécessitant des investissements en recherche et développement (**Corinne, 2007**).

Chapitre II : Généralités sur les emballages alimentaires et bioactifs

1. Généralité sur l'emballage alimentaire

1.1. Définition d'un emballage

D'après la directive européenne **94/62/CE (Commission européenne, 1994)**, un emballage est défini comme étant : « tout produit constitué de matériaux de quelque que ce soit sa nature, destiné à contenir, à protéger, à manipuler, à distribuer et à présenter des marchandises, depuis le producteur jusqu'au consommateur ou à l'utilisateur, y compris les articles à usage unique utilisés aux mêmes fins. »

1.2. Importance de l'emballage alimentaire

L'emballage alimentaire est un élément essentiel de notre système alimentaire (figure 3), bien plus qu'une enveloppe (**Conception d'emballage alimentaire, 2015**).

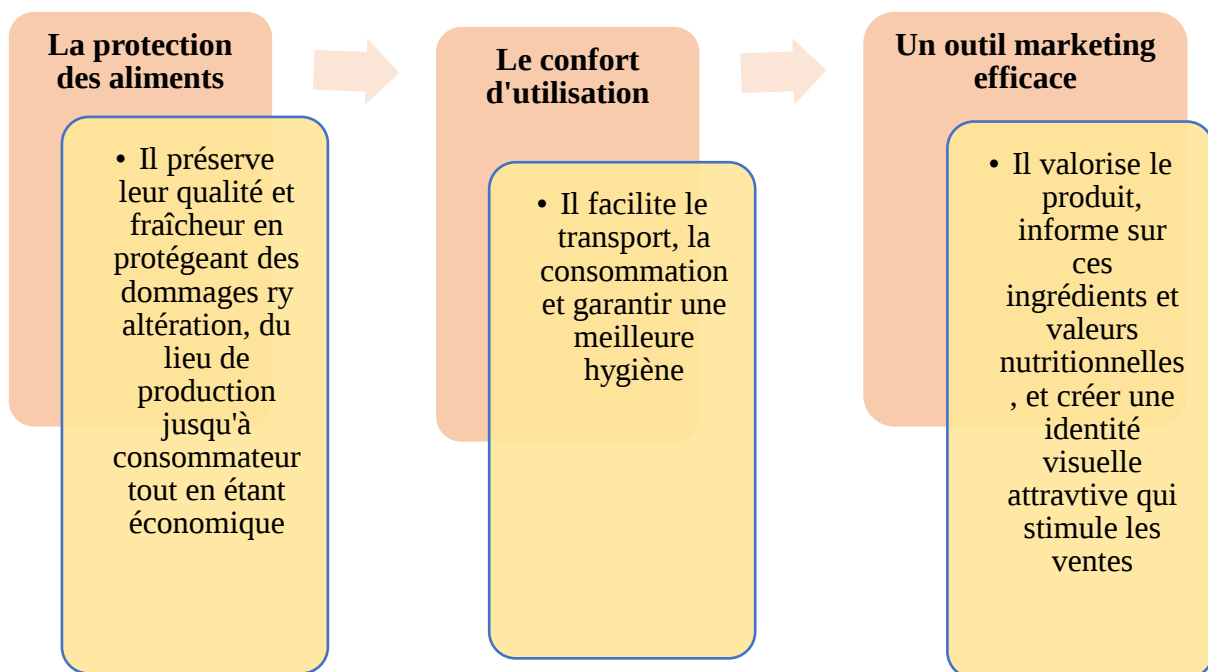


Figure 3: L'importance de l'emballage dans l'alimentation.

1.3. Les différents types d'emballages alimentaires

On distingue principalement quatre types d'emballage selon **Ctac, 2010** :

- **L'emballage primaire** : entre en contact direct avec le produit. Il assure son confinement et sa protection contre les contaminations extérieures.
- **L'emballage secondaire** : protège les unités de vente et/ou facilite l'utilisation du produit. Souvent, il regroupe plusieurs emballages primaires.

- **L'emballage d'expédition** : rassemble plusieurs emballages secondaires. Il facilite la manutention et la protection des contenants pendant le transport.
- **L'emballage tertiaire** : généralement constitué de palettes réutilisable. Il permet le transport, le stockage et la manutention de grandes quantités d'unités d'expéditions.

1.4. Matériaux d'emballage

Une variété de matériaux est utilisée dans la fabrication des emballages alimentaires, chacun présentant des caractéristiques et des performances différentes (figure 4). Les matériaux les plus courant sont représentés dans la figure ci-dessous (**Robertson, 2009**) :

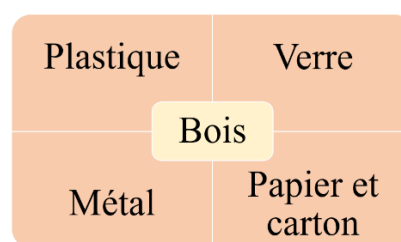


Figure 4: Matériaux d'emballages

1.5. Interaction Aliment-emballage

Il est fréquent que les emballages interagissent avec les aliments qu'ils contiennent. Ces interactions peuvent provoquer des échanges de matière entre les deux (figure 5). Cela est susceptible d'affecter la qualité de l'aliment, modifier les propriétés mécaniques de l'emballage et nuire à la santé des consommateurs (**Konkol, 2004**). Il existe trois types d'interaction : la perméation, la sorption et la migration (**Bach Campa, 2011**).

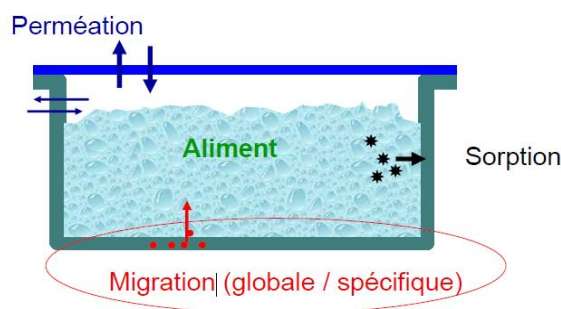


Figure 5: Interaction aliment-emballage (**Debeaufort & Kurek, 2017**)

1.5.1. Perméation

La perméation gazeuse correspond au passage de gaz à travers un emballage. Elle concerne l'entrée d'O₂, la sortie de CO₂ et la pénétration de composés volatils. Un contrôle rigoureux est crucial pour éviter la prolifération bactérienne, la perte de gaz et l'altération organoleptique,

afin de préserver la qualité de l'aliment. (Feigenbaumet *al.*, 1993 ; Konkol, 2004 ; Zaki, 2008 ; Severin *et al.*, 2011).

1.5.2. Sorption

Lorsque certains composants de l'aliment sont absorbés, ils modifient la structure de l'emballage (Severin *et al.*, 2011). Ces interactions entraînent un vieillissement irréversible du matériau, affectant sa composition chimique et son état physique (Verdn, 1990 ; Zaki, 2008). Le recyclage et la réutilisation augmentent le risque de migration de composés vers de nouveaux aliments, compromettant la sécurité alimentaire (Sax, 2010).

1.5.3. Migration

Dans le domaine des emballages alimentaires, la migration désigne le transfert de substances chimiques (additifs, des résidus de fabrication ou d'autre composés) de l'emballage vers le produit emballé, connue par les **migrants**. Ce qui entraîne des modifications organoleptiques du produit, et pose des problèmes de sécurité alimentaire (Brunet *et al.*, nd ; Kouame, 2004).

Le contrôle de la migration des constituants des matériaux d'emballages s'effectue par deux voies (Audic *et al.*, 2000 ; Brunet *et al.*, s.d.) :

- **II.5.3-1 Migration globale** : mesure le transfert total des substances des matériaux d'emballages vers l'aliment (Baner *et al* ; BREDER CV)
- **II.5.3-2 Migration spécifique** : vise des composés individuels capable de migrer de l'emballage vers l'aliment (Audic *et al.*, nd ; COOPER *et al.*, nd).

1.6. Enjeux de l'innovation dans l'emballage alimentaire

L'emballage alimentaire est essentiel pour protéger et conserver les aliments (Gontard, 2015), doit évoluer face aux défis environnementaux et sanitaires (figure 6). Les plastiques dérivés de la pétrochimie sont critiqués pour leur impact environnemental et leurs risques sur la santé.

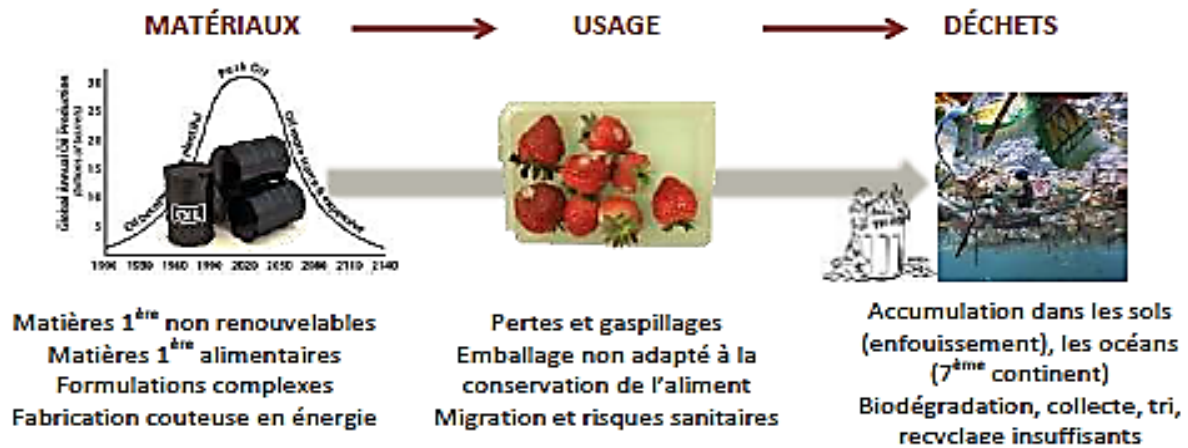


Figure 6: Défis à relever pour l'emballage alimentaire (Gontard et al., 2017).

L'innovation vise à créer des emballages sûrs et écologiques, en utilisant des matériaux durables et des technologies moins polluantes. L'objectif est de créer un équilibre entre la fonction protectrice de l'emballage, la préservation de l'environnement et la sécurité des consommateurs (figure 7). Trouver des solutions innovantes pour limiter la dégradation des matériaux, réduire leur empreinte écologique et diminuer les risques sur la santé (Gontard et al. 2017).

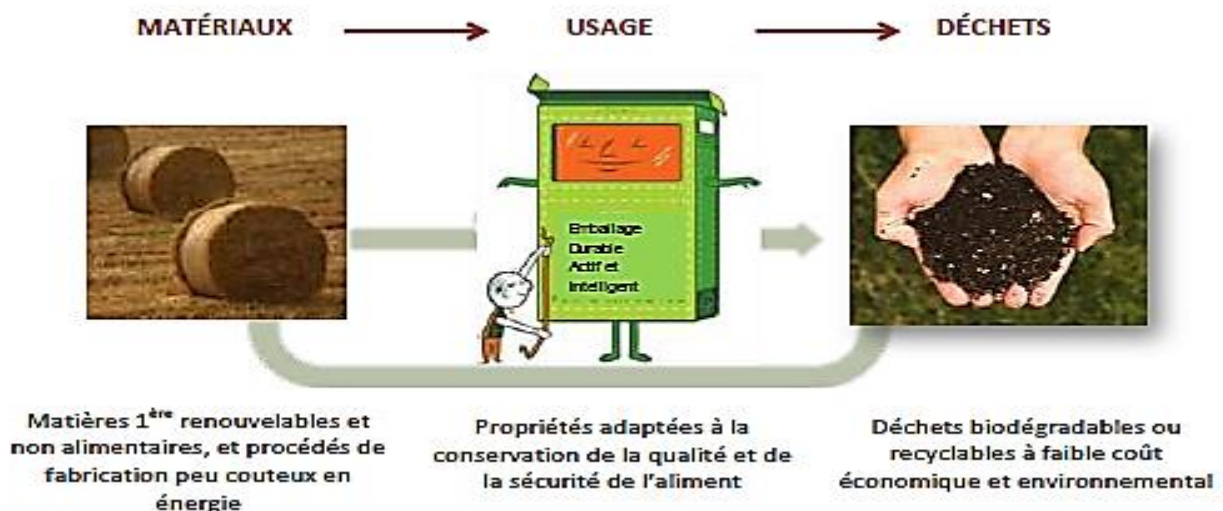


Figure 7: Attendus de l'innovation en emballage alimentaire (Gontard et al., 2017).

1.7. Emballage actif

1.7.1. Définition

L'emballage actif est un système de conditionnement alimentaire intentionnellement conçu pour interagir avec le produit ou son environnement en libérant ou en absorbant des substances, dans le but principal de prolonger sa durée de conservation et de maintenir sa qualité. Il peut intégrer

des absorbeurs d'oxygène ou des agents antimicrobiens pour une meilleure préservation des aliments (**Office québécois de la langue française, 2023**).

1.7.2. Principe

L'emballage actif est l'un des meilleurs solutions durables non seulement pour améliorer la durée de conservation des aliments ainsi que réduit son impact environnemental (**Bentayeb et al., 2007**).

L'emballage actif peut réagi de différentes manières (figure 8), en éliminant les éléments indésirables, grâce à son adaptation aux différents changements et sa capacité de libérer des substances bénéfiques pour améliorer la qualité des aliments.

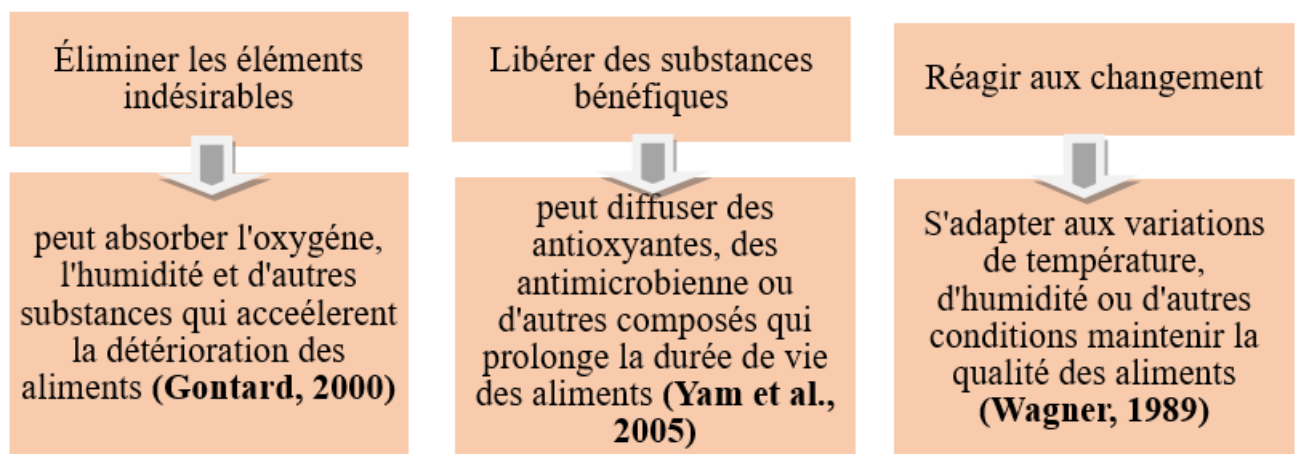


Figure 8: Principe d'emballage actif.

1.7.3. Les différentes catégories d'emballage actif

Les emballages actifs sont répartis en trois catégories principales (figure 9), en distinctes : les emballages interactifs, les indicateurs et les préparateurs, ont pour but d'améliorer la qualité, de fournir des informations ou de faciliter leur consommation. (**Cuq et al, 1995 ; Guilbert et al, 1998**).

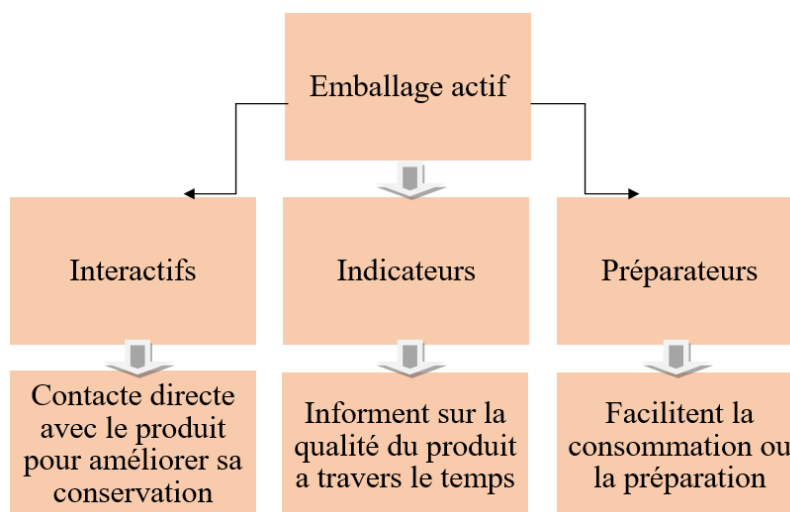


Figure 9: Trois grandes catégories d'emballage actifs.

1.7.4. Applications d'emballage actif

L'emballage actif est une solution personnalisée pour chaque type d'aliment (**Tableau II**). Il maîtrise le processus de détérioration et, en conséquence, améliore la conservation des denrées alimentaires (**Restuccia et al., 2010**).

Tableau II: Quelques principales applications d'emballages actifs (**Restuccia et al., 2010**)

Type de technologie	Aliment
Absorbeurs d'oxygène	- Thé, chocolat, lait - Écrémé, fromage
Absorbeurs de dioxyde de carbone	Café moulu
Absorbeurs d'humidité	Produits secs, viande, poisson
Absorbeurs d'éthylène	Kiwi, banane
Films libérant des antioxydants	Céréales

1.8. Enrobage

1.8.1. Définition

L'enrobage est le processus qui consiste à recouvrir la surface de particules solides (grain et poudre) avec une solution liquide. Ce revêtement est réalisé de manière à préserver la structure initiale des particules. On distingue deux types principaux d'enrobage : le premier modifie la forme des particules en déposant une couche épaisse de solution, tandis que le second, appelé pelliculage, consiste à appliquer un film mince. En général, les techniques d'enrobages reposent sur la pulvérisation d'une dispersion ou d'une solution. (**Chérif, 1994**).

1.8.2. Objectifs

L'enrobage vise à modifier les propriétés des produits (figure 10), qu'il s'agisse de leur aspect, de leur valeur nutritionnelle ou de leur fonctionnalité (**Royer, 2012**)

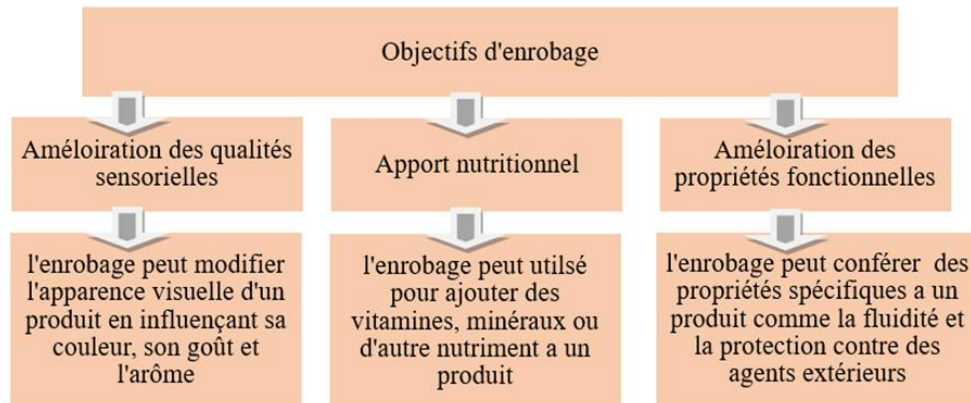


Figure 10: Différents objectifs de l'enrobage.

1.8.3. Ingrédients de l'enrobage

Les ingrédients utilisés dans l'enrobage sont variés et dépendent de l'effet recherché (**Tableau III**). Ils peuvent être classés en différentes catégories (**Royer, 2012**) :

Tableau III : Exemple d'ingrédients d'enrobage (**Royer, 2012**)

Ingrédients	Effet recherché	Exemples
Eau	Mouillage, fixation	Abattage des poussières
Alcool	Antimicrobien	Conservation des pâtisseries emballées
Résine	Aspect de surface	Lustrage des dragées
Sucre	Appétence, aspect de surface	Lustrage des dragées
Amidon	Protection	Enrobage des frites avant friture pour limiter la prise d'huile

2. Méthodes pour créer des films et enrobage alimentaires

Il existe plusieurs façons de fabriquer des films et des enrobages pour protéger les aliments (figure 11). Ces méthodes varient en fonction des matériaux utilisés et des propriétés souhaitées pour le produit final (**Kester et Fennema, 1986**).

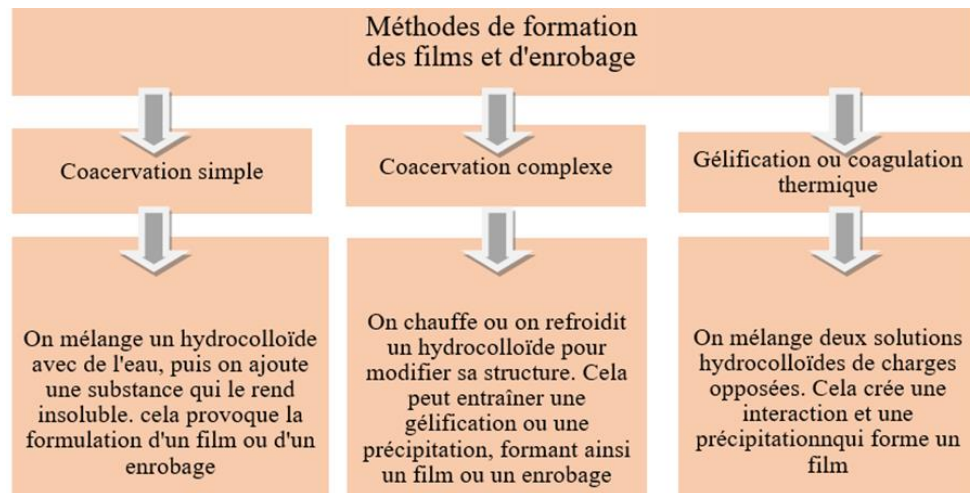


Figure 11: Méthodes de formation des films et enrobage.

3. Définition de l'emballage bioactif

L'emballage bioactif est un type d'emballage actif qui utilise spécifiquement des composés bioactifs naturels (issus de micro-organismes, végétaux, etc.) pour exercer leurs effets bénéfiques sur le produit emballé. Ces composés bioactifs peuvent avoir des propriétés antimicrobiennes, antioxydantes, antifongiques (Salgado et al., 2019).

4. Films et enrobages bioactifs

L'emballage alimentaire est un élément fondamental de la chaîne d'approvisionnement, assurant la protection de la qualité et la sécurité des denrées. Il offre une barrière contre diverses contaminations, qu'elles soient physiques, chimiques, biologiques ou environnementales. Par ailleurs, le choix des matériaux et la conception de l'emballage sont déterminants pour prolonger la durée de conservation des produits (Hervé, 2002). Récemment, pour réduire les inconvénients des matériaux d'emballage issus de la pétrochimie et leur faible biodégradabilité, les biopolymères sont de plus en plus employés comme matériaux d'emballage alimentaire comestibles. Parmi ces biopolymères on trouve le chitosane, l'alginate, la pectine et la cellulose (Tariq et al., 2021).

5. Effet de l'ajout des substances bioactifs

L'emballage bioactif est devenu un concept innovant en emballage alimentaire, développé pour s'adapter aux exigences actuelles du marché et des consommateurs. Cette technologie s'appuie sur l'incorporation d'agents antimicrobiens, d'antioxydants, d'enzymes ou d'ingrédients fonctionnels. (Benbettaïeb et al., 2017).

Étude expérimentale

Chapitre III :

Matériel et méthodes

1. Préparation de l'échantillon

1.1 Échantillonnage

Une récolte de **4kg** de bigarade a été effectuée le **7 mars 2025** dans un champ situé à **El-kseur Ferme Salhi Houssine (Maurice)**. Les fruits ont été lavés à l'eau du robinet, puis séchés (figure 12). Les écorces ont été ensuite prélevées en retirant uniquement la partie extérieure, tout en conservant la couche blanche intérieure intacte. Après cette étape, la masse des écorces obtenues a été pesée, indiquant un résultat de **1,550kg**.



Figure 12: Epluchage des écorces d'agrumes.

1.2. Séchage

Les écorces prélevées sont mises sur papier aluminium (figure13), ensuite séchées dans une étuve a 40C° pendant une journée (24h).



Figure 13: Séchage des écorces a étuve 40C°.

1.3. Broyage et tamisage

A l'aide d'un mixeur électrique, les écorces séchées ont été broyées pour obtenir une poudre (figure 14). La masse obtenue est tamisée puis conservée dans des boîtes en verre puis placée dans un congélateur jusqu'à leur utilisation.



Figure 14: Poudre obtenue par le broyage et tamisage des écorces d'agrumes.

2. Caractérisation de la poudre des écorces d'agrumes

2.1. Détermination des propriétés physico-chimiques

2.1.1. Teneur en matières sèches et taux d'humidité

Sont deux paramètres essentiels pour analyser la composition d'un produit. La matière sèche représente la part solide d'un échantillon après que toute l'eau a été retirée, généralement par dessiccation. L'humidité, correspond à la quantité d'eau présent dans cette échantillon (**ISO 712, 1985**).

➤ Mode opératoire

Le taux d'humidité et la quantité de matière sèche a été déterminé en suivant le protocole décrit dans la figure 15.

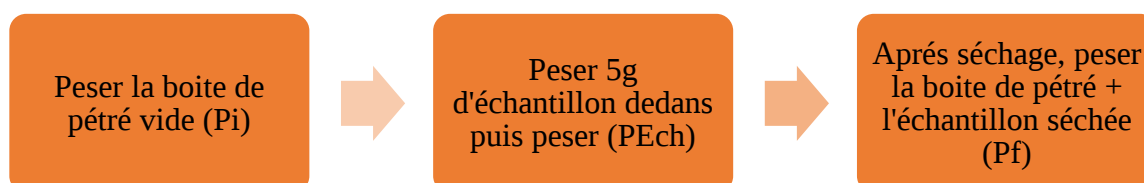


Figure 15: Détermination de taux d'humidité et de matière sèche.

P(Ech) : la masse de l'échantillon (g)

Pi : la masse de la capsule vide (g)

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

MS : matière sèche.

➤ **Expression des résultats :**

$$MS \% = (Pf - Pi) / P(Ech) * 100$$

L'humidité est calculée par la formule :

$$H \% = 100 - MS$$

2.1.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (Spectroscopie IRTF)

Dans le but d'identifier les groupements fonctionnels, la spectroscopie infrarouge par spectrophotomètre SHIMADZU IRAffinity-1 a été utilisée (Figure 16). Ce dernier permet l'analyse de la poudre d'écorce d'agrumes de bigarade dans l'intervalle de nombres d'ondes allant de 400 à 4000 cm^{-1} , avec une résolution de 5 cm^{-1} .



Figure 16: Préparation de la pastille.

2.2. Détermination des propriétés phytochimiques

2.2.1. Préparation d'extrait

Pour obtenir un extrait brut à partir de poudre d'agrumes, on procède comme suit : 2g de poudre sont mise dans 10 ml de méthanol à 80%. Ce mélange est maintenu sous agitation pendant une heure, à température ambiante, afin de favoriser l'extraction des composés solubles. Une fois le temps écoulé, l'extrait est séparé des résidus solides par filtration à travers un papier filtre. Le flacon utilisé est ensuite rincé avec 10ml supplémentaires de méthanol, et le mélange est

agité pendant 30min. Cette étape répétée, et chaque fois, l'extrait est filtré. L'ensemble des filtrats obtenus est considéré comme l'extrait brut, prêt à être utilisé pour différentes analyses.

2.2.2. Dosage des polyphénols totaux

La mesure de la quantité de polyphénols repose sur l'utilisation du réactif de **Folin-Ciocalteu**, une solution composée d'acides **phosphotungstique** et **phosphomolybdique**. Ce réactif entraînant une réduction des acides en oxydes de tungstène et de molybdène. Cette réaction produit une coloration bleue, dont l'intensité est directement liée à la concentration des polyphénols présents dans l'échantillon. L'absorbance maximale de cette coloration se situe entre 750 et 765 nm (**Bonnaillie et al. 2012**)

➤ Mode opératoire

Le mode opératoire suivi pour le dosage des polyphénols est décrit dans le schéma de la figure 17.

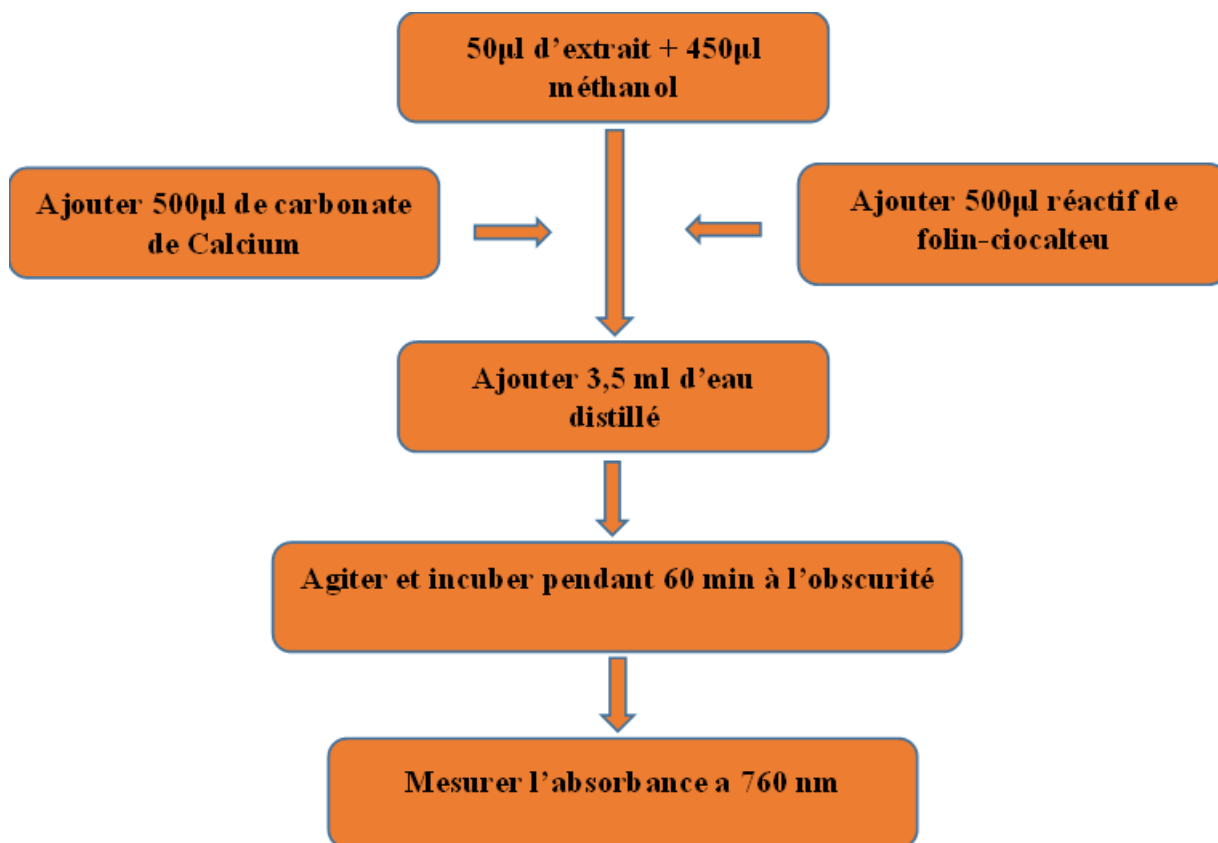


Figure 17: Dosage des polyphénols.

➤ Expression des résultats

La concentration en **polyphénols totaux** a été déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage à l'acide gallique (**Annexe II**). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique pour 100 grammes de matière sèche (mg EAG/100g MS).

2.2.3. Dosage des flavonoïdes

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, capable d'interagir avec le chlorure d'aluminium (AlCl_3) pour générer un complexe coloré jaunâtre. Ce phénomène résulte d'une réaction de chélation impliquant l'aluminium et des atomes d'oxygène issus de noyau phénolique des flavonoïdes. Concrètement, l'aluminium en perdant deux électrons, forme une liaison avec deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique, cette dernière jouant le rôle d'un donneur d'électrons (Tsao et Li, 2013).

➤ Mode opératoire

Le mode opératoire suivi pour le dosage des flavonoïdes est décrit dans le schéma de la figure 18.

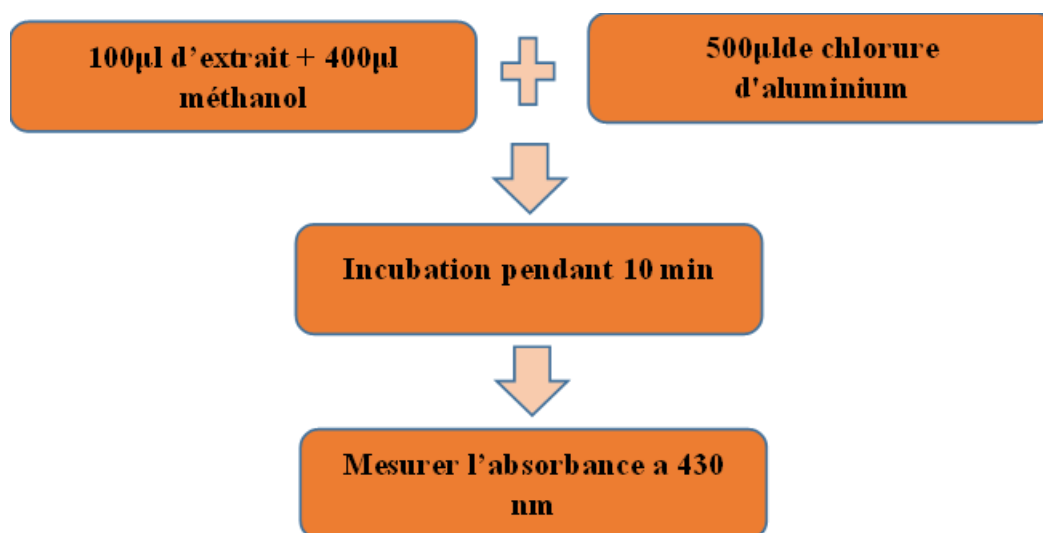


Figure 18: Dosage des flavonoïdes.

➤ Expression des résultats

Les **flavonoïdes** ont été quantifiés à l'aide d'une courbe d'étalonnage linéaire ($y = ax + b$) préparée avec des concentrations variées de quercétine (**Annexe III**). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent quercétine par 100 grammes de matière sèche (mg EQ/100g MS) pour chaque échantillon.

2.3. Détermination des activités antioxydantes des poudres d'écorces

2.3.1. Le pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur repose sur un mécanisme d'oxydoréduction, où les composés antioxydants de l'extrait sont capables de réduire les ions ferriques (Fe^{3+}) du ferricyanure en

ions ferreux (Fe^{2+}). Cette transformation s'accompagne de l'apparition d'une coloration bleu-vert, dont l'intensité est liée à la capacité réductrice de l'échantillon (Ribeiro et al. 2008).

➤ Mode opératoire

Le mode opératoire permet la détermination de pouvoir réducteur est représenté dans la figure 19.

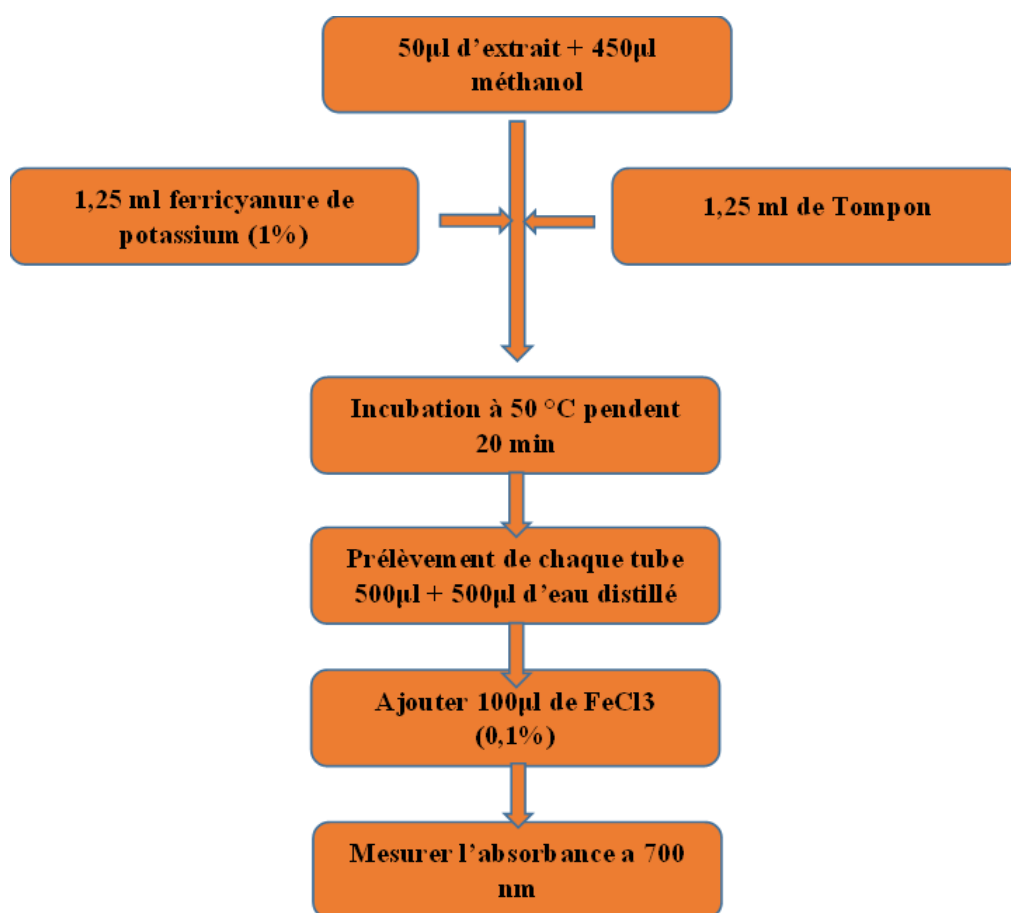


Figure 19: Détermination du pouvoir réducteur.

➤ Expression des résultats

Le **pouvoir réducteur** de l'extrait a été déterminé en utilisant une courbe d'étalonnage linéaire préparée avec des concentrations connues d'acide ascorbique comme standard (Annexe VI). Les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide ascorbique par 100 grammes de matière sèche (mg EAG/100g MS) de chaque échantillon.

2.3.2. Activité anti-radicalaire DPPH⁺

Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) est un radical libre stable caractérisé par la présence d'un électron non apparié sur son atome d'azote. Ce composé se distingue par sa couleur violette et présente un maximum d'absorption à 517 nm. Lorsqu'il entre en contact avec un

antioxydant, l'électron célibataire du DPPH est apparié, entraînant une réduction du radical et un changement de couleur du violet (forme oxydée, DPPH) au jaune (forme réduite, DPPH-H). L'intensité de cette décoloration, mesurée par spectrométrie, est inversement proportionnel à l'activité antioxydante de l'échantillon (Ramadan, 2010).

➤ Mode opératoire

Le mode opératoire permet la détermination d'activité anti-radicalaire DPPH est représenté dans la figure 20.

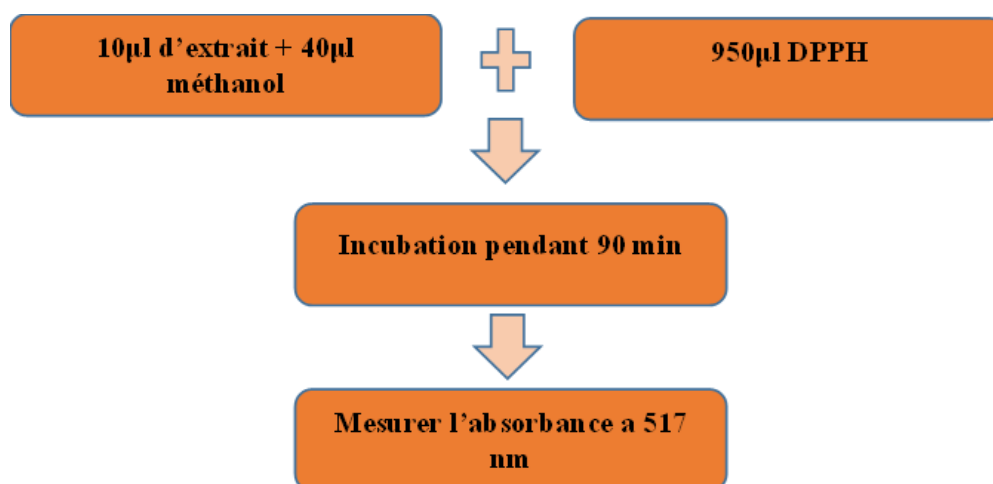


Figure 20: Détermination de l'activité anti-radicalaire DPPH.

➤ Expression des résultats

La propriété antioxydante de l'extrait, mesurée par le **pourcentage d'inhibition des radicaux** (Annexe IV), a été quantifiée selon la formule suivante :

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

Où :

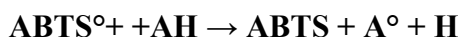
Ac : absorbance de contrôle

Ae : absorbance de l'échantillon.

2.3.3. L'évaluation de l'activité anti-oxydant par le test ABTS

Ce test repose sur le principe de neutralisation du radical cationique ABTS⁺, reconnaissable à sa couleur bleu-vert, par des composés antioxydants. Ces derniers transfèrent un proton au radical, le convertissant ainsi en sa forme réduite incolore (ABTS). Ce radical, issu du 2,2'-azino-bis-3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonate, est un outil standard pour quantifier l'activité antioxydante (Karo et al. 2005, Osman et al. 2006).

La réaction entre les antioxydants et ABTS^{•+} est estimée selon la réaction suivante :



➤ Mode opératoire

Le mode opératoire permet la détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS^{•+} est représenté dans la figure 21.

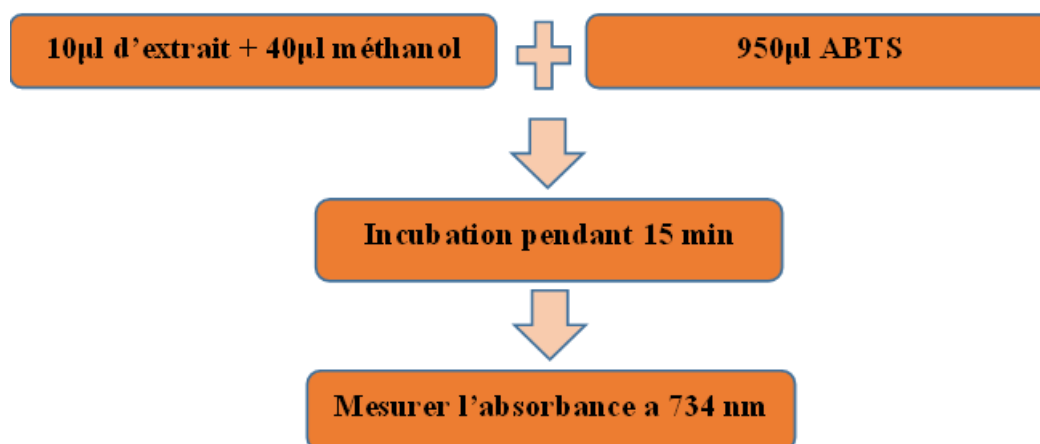


Figure 21: Détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS^{•+}.

➤ Expression des résultats

L'activité anti radicalaire de l'extrait a été déterminé en utilisant une courbe d'étalonnage linéaire préparée avec des concentrations connues d'acide Trolox comme standard (**Annexe V**), est mesurer par :

$$\text{Activité anti radicalaire \%} = \left[\frac{(\text{Ac} - \text{Ae})}{\text{Ac}} \right] \times 100$$

Où :

Ac : absorbance de contrôle

Ae : absorbance de l'échantillon

2.3.4. Le test au phosphomolybdate d'ammonium

Le test au phosphomolybdate (PPM) permet d'évaluer l'activité antioxydante globale d'un échantillon en mesurant sa capacité à réduire les ions Mo (VI) sous forme (MoO_4^{2-}) en ions Mo (V) (MoO^{2+}). Cette réduction entraîne la formation d'un complexe phosphomolybdate (V) de couleur verte en milieu acide. L'absorbance de ce complexe, mesurée généralement entre 600 et 700 nm, est directement corrélée à la teneur en composés antioxydants de l'échantillon. Ainsi

plus l'intensité de la coloration verte est élevée, plus la capacité réductrice de l'extrait est importante (Prieto et al. 1999, Kumaret al. 2008).

➤ Mode opératoire

L'évaluation du pouvoir antioxydant par le test au phosphomolybdate d'ammonium est décrit dans le schéma de la figure 22.

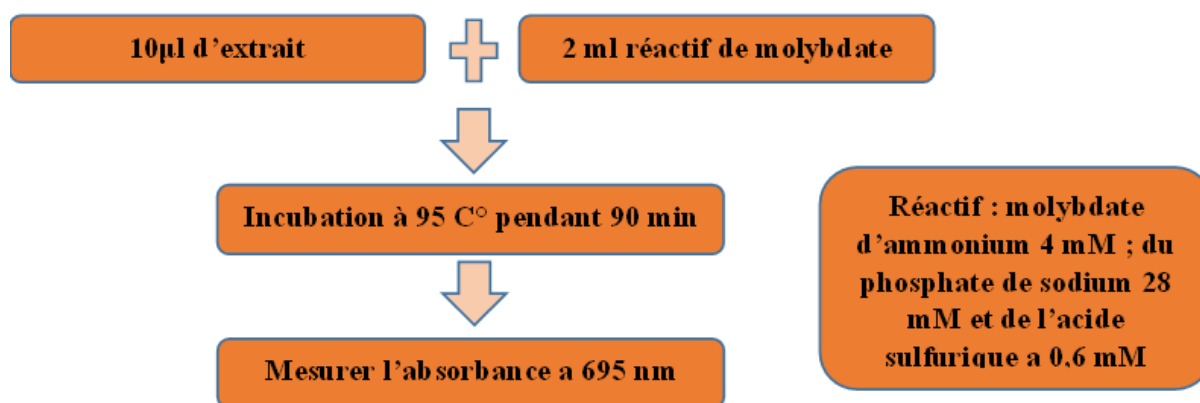


Figure 22: Evaluation du pouvoir antioxydant par le test au phosphomolybdate d'ammonium.

➤ Expression des résultats

Les résultats ont été obtenus à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire réalisée avec des concentrations connues d'acide ascorbique (**Annexe VII**), utilisé comme référence. Ils sont exprimés en pourcentage.

3. Formation de la solution d'enrobage

Ce protocole détaillé décrit les étapes de formulation d'une solution d'enrobage à base de gélatine et de pectine (figure23). Ces films protecteurs sont essentiels pour prolonger la durée de conservation des aliments en agissant comme une barrière physique, une approche largement étudiée pour ses bénéfices post-récolte (**Ponce et al., 2008**). L'intégration de la gélatine et de la pectine est stratégique : la gélatine est appréciée pour ses propriétés filmogènes et ses capacités de barrière à l'oxygène, tandis que la pectine, notamment celle issue des écorces d'agrumes, contribue à la structure et peut transporter des composés bioactifs (**Breceda-Hernandez et al., 2020**).

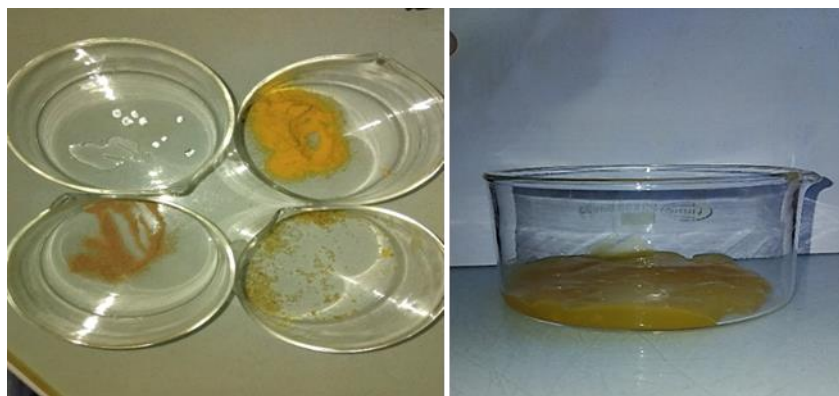


Figure 23: Préparation de la solution d'enrobage.

➤ Mode opératoire

Le schéma récapitulatif de la procédure de préparation de la solution d'enrobage est présenté dans la figure 24.

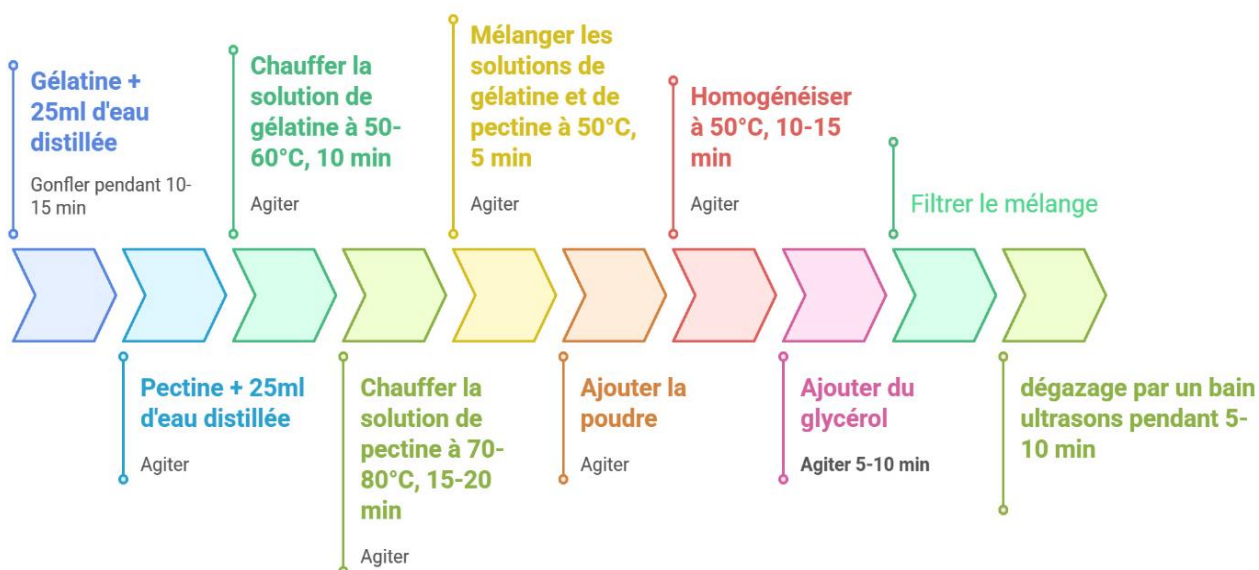


Figure 24: Schéma du mode opératoire de préparation de la solution d'enrobage.

4. Préparation de la solution de film

La solution de film a été préparée par coulage en solution (solution casting) selon une méthode adaptée de **(Noubadji&Bedrane, 2023)**. Les modifications suivantes ont été apportées au protocole original : la pectine a été pesée (1g) et dispersée dans 25 mL d'eau distillée sous agitation à 50-60 °C pendant 15 à 20 minutes. Le glycérol (0,5 g) a ensuite été ajouté comme plastifiant et l'agitation a été maintenue pendant 20-30 minutes. Enfin, 0,2 g de poudre ont été incorporés sous agitation pour assurer une dispersion homogène. La solution a été laissée au

repos pendant quelques minutes pour éliminer les bulles d'air avant d'être versée dans des boîtes de Pétri. Le séchage des films a été effectué dans une étuve à 35 °C pendant 20 heures.

➤ Mode opératoire

Le schéma récapitulatif de la procédure de préparation des films est représenté dans la figure 25.

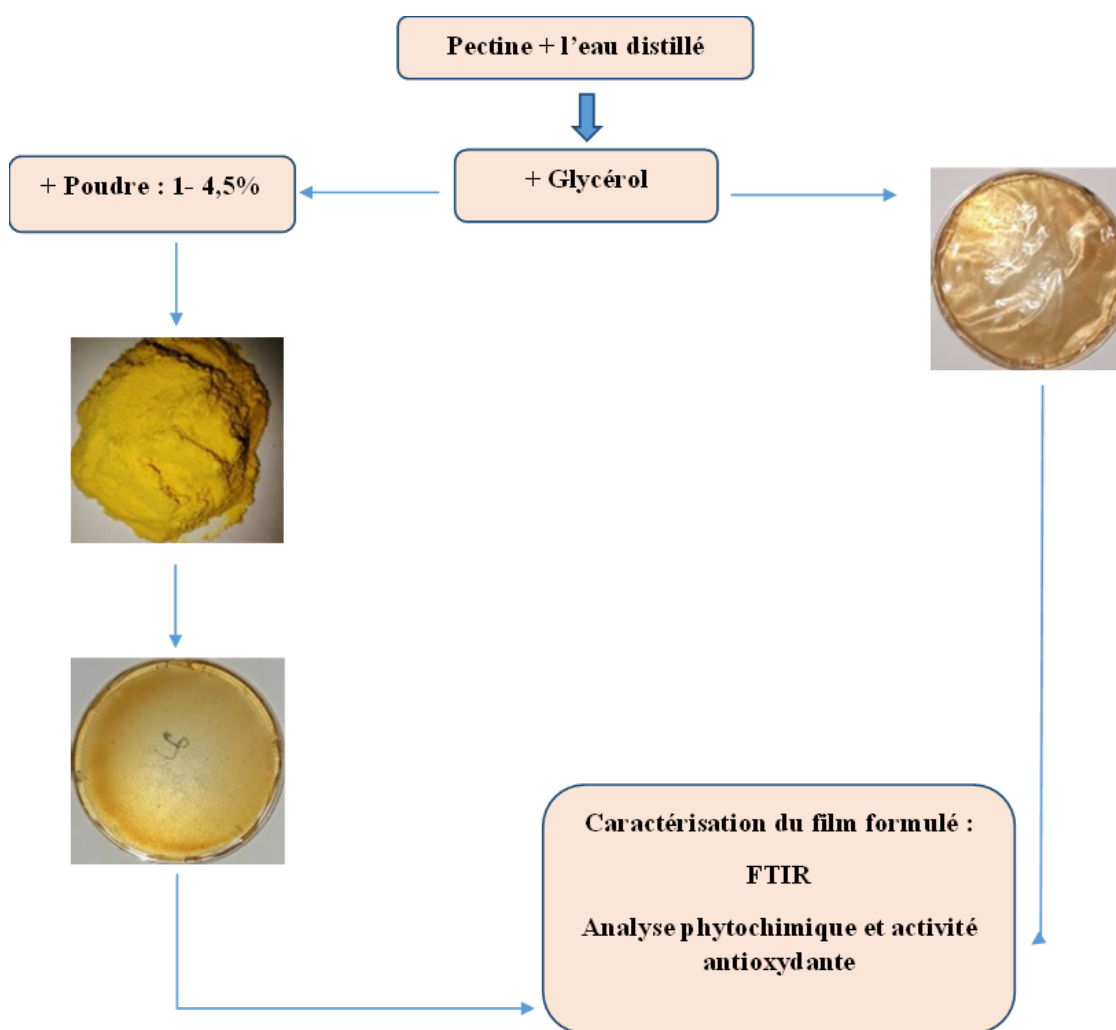


Figure 25: Préparation du film en fonction de la concentration en poudre.

4.1. Technique de caractérisation des films

4.1.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (Spectroscopie IRTF)

L'identification des groupements fonctionnels a été réalisée par spectroscopie infrarouge (IR) à l'aide d'un spectrophotomètre SHIMADZU IRAffinity-1. L'appareil, géré par un logiciel de traitement IR solution, a permis d'analyser la poudre d'écorce d'agrumes de bigarade dans l'intervalle de nombres d'ondes allant de 400 à 4000 cm^{-1} , avec une résolution de 5 cm^{-1} .

5. Détermination des propriétés phytochimiques

5.1. Préparation des extraits de films

Selon les protocoles de **Nogueira et al (2020)** et **Dias et al (2025)**, avec quelques modifications, 5 solutions ont été préparées à partir de film formulé, comprenant un témoin et 4 solutions de différentes concentrations en poudres.

Pour chaque solution, 0,5 g de film formulé ont été découpées en morceaux d'environ 1 cm², puis macérés dans 10 ml de méthanol (rapport 1 :20, poids/volume). Les échantillons ont été placés dans des flacons contenant de méthanol, puis agités à 150 rpm à température ambiante (20-25°C) pendant 24 heures, à l'abri de la lumière afin de préserver les composées bioactives.

Après la macération, les mélanges ont été centrifugés à 4000 rpm pendant 20 min. les surnageants ont été ensuite filtrés à l'aide d'un papier filtre pour obtenir des extraits claires. Ces derniers ont été conservés dans des flacons ambrés à -20 °C en attendant les analyses ultérieures.

Les extraits préparés ont été utilisés pour le dosage des polyphénols par la méthode Folin-Ciocalteu et le dosage des flavonoïdes, ainsi que pour l'évaluation des activités antioxydantes tels que l'ABTS et pouvoir réducteur.

5.2. Dosage des polyphénols totaux

Le mode opératoire suivi pour le dosage des polyphénols est décrit dans le schéma de la figure 26.

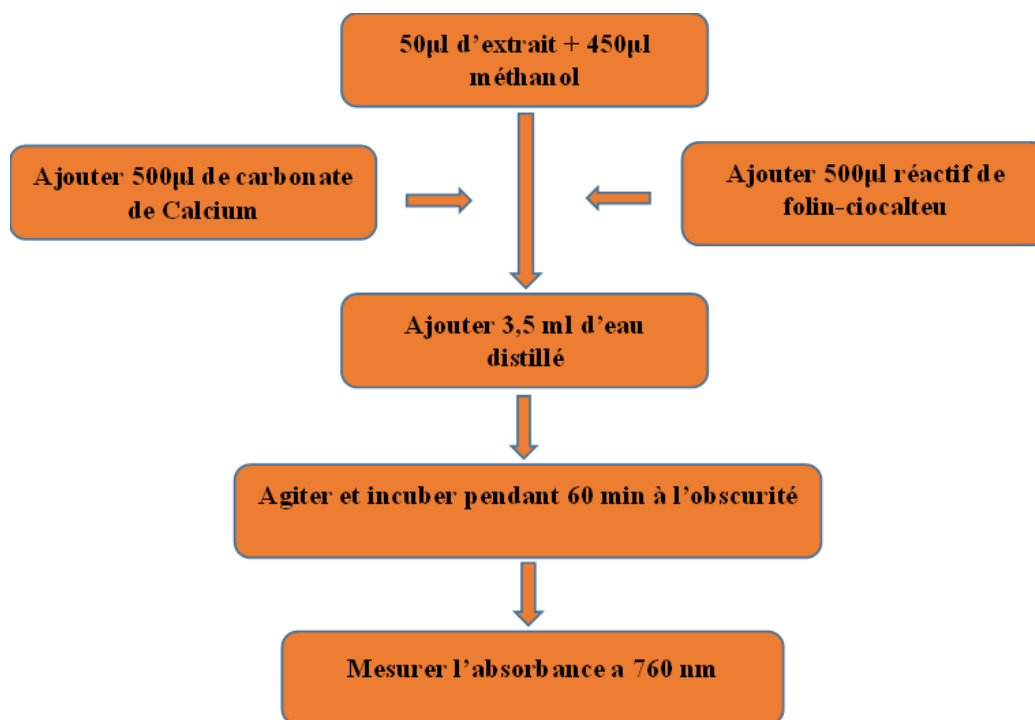


Figure 26: Dosage des polyphénols de solution du film.

➤ **Expression des résultats**

La concentration en **polyphénols totaux** a été déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage à l'acide gallique (**Annexe VIII**). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique pour 100 grammes de matière sèche (mg EAG/100g MS).

5.3. Dosage des flavonoïdes

Le mode opératoire suivi pour le dosage des flavonoïdes est décrit dans le schéma de la figure 27.

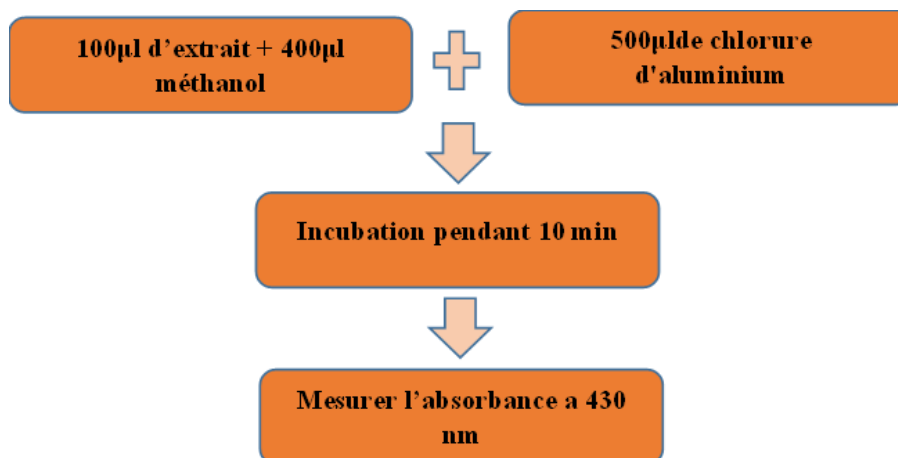


Figure 27: Dosage des flavonoïdes de solution du film.

➤ Expression des résultats

Les **flavonoïdes** ont été quantifiés à l'aide d'une courbe d'étalonnage linéaire ($y = ax + b$) préparée avec des concentrations variées de quercétine (**Annexe IX**). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent quercétine par 100 grammes de matière sèche (mg EQ/100g MS) pour chaque échantillon.

6. Détermination des activités antioxydantes des films

6.1. L'évaluation de l'activité anti-oxydant par le test ABTS

Le mode opératoire permet la détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS+ est décrit dans le schéma de la figure 28.

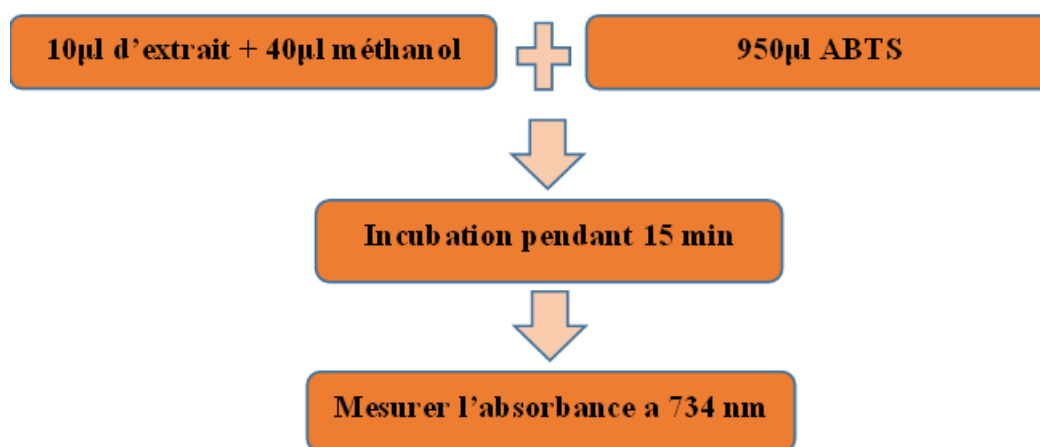


Figure 28: Détermination de l'activité anti-radicalaire ABTS+ de solution du film.

➤ Expression des résultats

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

Où :

Ac : absorbance de contrôle

Ae : absorbance de l'échantillon

6.2. Le pouvoir réducteur

Le mode opératoire permet la détermination de pouvoir réducteur est représenté dans la figure 29.

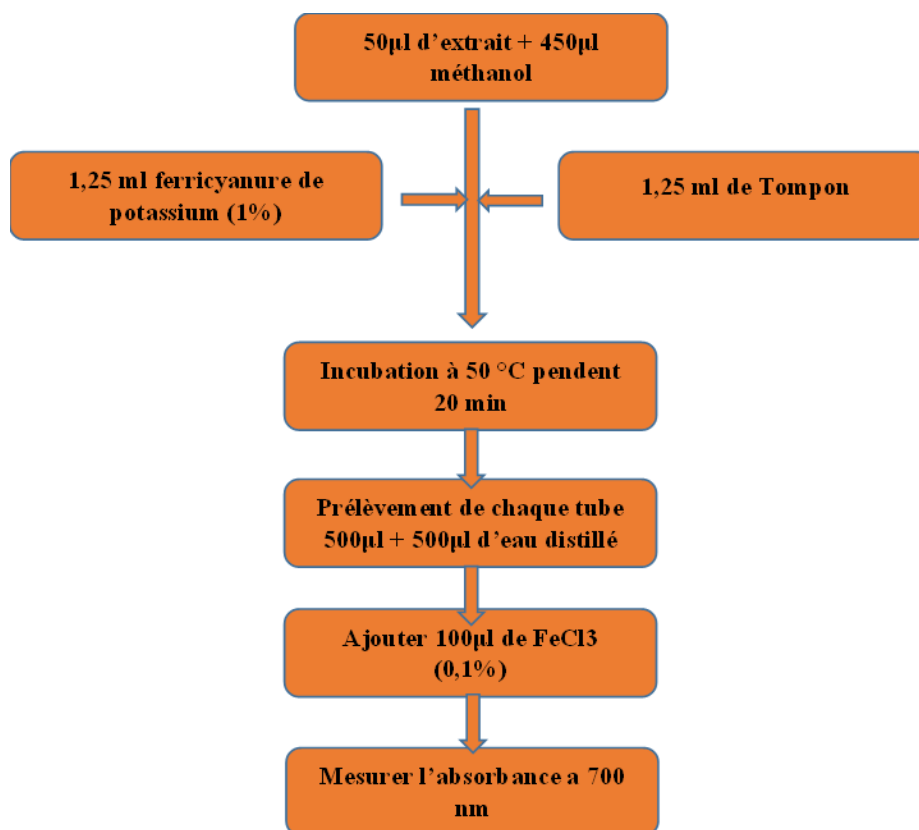


Figure 29: Détermination du pouvoir réducteur de solution du film.

➤ Expression des résultats

Le **pouvoir réducteur** de chaque extrait a été déterminé en utilisant une courbe d'étalonnage linéaire préparée avec des concentrations connues d'acide gallique comme standard. Les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide ascorbique par 100 grammes de matière sèche (mg EAG/100g MS) de chaque échantillon.

7. 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 des films formulés (Test 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 IV :

Résultats et discussions

1. Caractérisations physico-chimiques de poudre

1.1. Détermination des propriétés physico-chimiques

1.1.1. Teneur en matières sèches et taux d'humidité

L'analyse des écorces de bigarade (*Citrus aurantium*) montre un taux d'humidité de **23,06 %**, correspondant à **76,94 %** de matière sèche. Comparativement, d'autres études rapportent des taux d'humidité plus faibles : **9,68 ± 0,07 %** pour l'orange douce (*Citrus sinensis*) (Egbonu et Osuji 2016) et **10,70 ± 0,44 %** pour la Mosambi (*Citrus limetta*) (Younis et al., 2016), soit respectivement **90,32 %** et **89,30 %** de matière sèche (Younis et al. 2016).

Ces différences s'expliquent par la variété, les conditions climatiques, le stade de maturité des fruits ou la méthode de séchage (Correia et al., 2015).

La teneur en humidité et en matière sèche des écorces d'agrumes est un paramètre important pour leurs applications, surtout en industrie agroalimentaire. Une teneur en eau élevée peut favoriser le développement de micro-organismes, tandis qu'une teneur plus faible en humidité améliore la stabilité, la durée de conservation et la qualité des produits dérivés. Ainsi, il est important de bien connaître et maîtriser ces paramètres afin d'assurer une meilleure texture, conservation et sécurité des produits finis (Lahmari, Fahloul et al., 2012).

2. Propriétés phytochimiques de la poudre

2.1. Dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes

Les données relatives aux niveaux de polyphénols et flavonoïdes pour l'extrait sont présentées dans la **figure 30**. A partir des résultats obtenus pour la teneur en polyphénols de la poudre d'écorces d'orange amère contient $9,46 \pm 0,59$ mg GAE/g de MS, ce qui est une quantité importante, tandis que la teneur en flavonoïdes est de $3,88 \pm 0,13$ mg QE/g de MS.

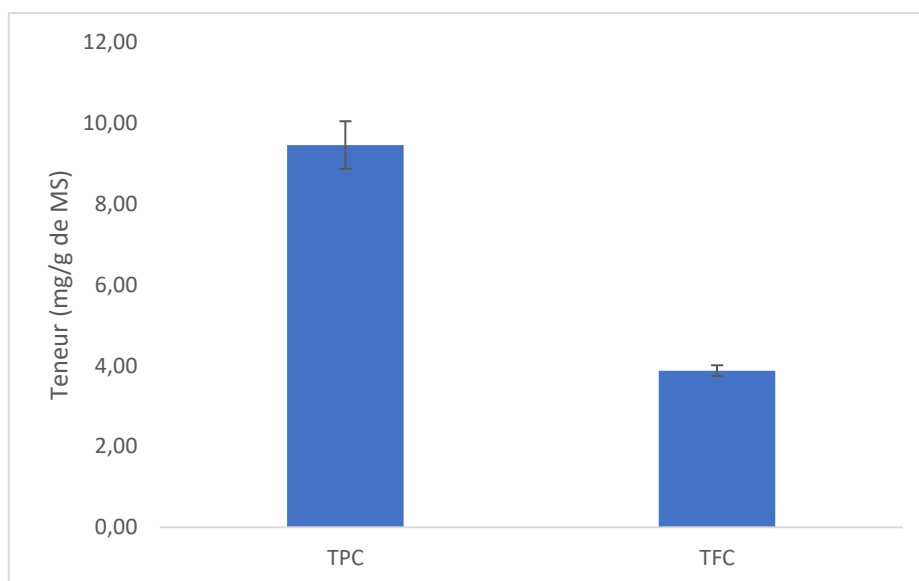


Figure 30: Teneur en TPC et TFC des écorces de bigarade.

D'après l'étude de **Lagha-Benamrouche et Madani (2013)**, les écorces de bigarade contiennent $31,62 \pm 0,88$ mg GAE/g de MS de polyphénols totaux, une valeur nettement supérieure à notre résultat ($9,46 \pm 0,59$ mg GAE/g de MS). En revanche, leur teneur en flavonoïdes, de $1,70 \pm 0,01$ mg EQ/g de MS, est inférieure à notre valeur ($3,88 \pm 0,13$ mg QE/g de MS).

Ces différences peuvent s'expliquer par des facteurs tels que la génétique, les méthodes d'extraction et de conservation, ou encore le degré de maturation des fruits (**Lu, Zhang et al. 2006, Vanamala, Reddivari et al. 2006, Klimczak, Malecka et al. 2007**).

3. Activités antioxydantes des poudres d'écorces

3.1. Activité anti-radicalaire DPPH et activité anti-oxydant par le test ABTS

Les résultats obtenus montrent une capacité d'élimination du radical ABTS de $87,08 \pm 1,73\%$ et du DPPH de $73,02 \pm 3,46\%$ (Figure 31). Le test de l'ABTS révèle un profil antioxydant diversifié, car il réagit avec de nombreux types d'antioxydants (**Re et al., 1999**).

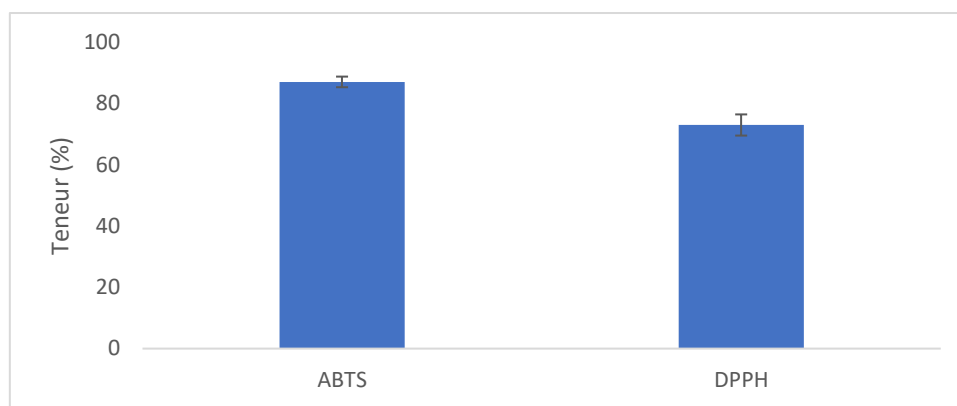


Figure 31: Activité anti-radicalaire DPPH+ et activité anti-oxydant par le test ABTS.

Pour **Lagha-Benamrouche and Madani (2013)**, le DPPH des écorces de la bigarade est de 88%, ce qui est légèrement supérieur au résultat de notre étude. Tandis que le résultat de ABTS est nettement plus élevé que celui rapporté par **Mehmood, Dar et al. (2015)**, qui ont trouvé 55,8 % pour l'écorce de *Citrus sinensis*. Cela peut être liée aux conditions de culture, aux techniques d'extraction des composés antiradicalaire à la polarité des solvants, ainsi que les conditions de stockage des échantillons (**Naczki and Shahidi, 2004 ; Bourgu, Ksouri et al. 2008**).

3.2. Pouvoir réducteur

Les résultats obtenus sur la poudre d'écorces de bigarade montrent un pouvoir réducteur de $98,87 \pm 1,76$ mg EAA/100g de MS ainsi qu'une activité antioxydante évaluée par la méthode au phosphomolybdate de $403,12 \pm 2,14$ mg/100g de MS (**Figure 32**).

Ces résultats confirment que l'écorce de bigarade peut aider à neutraliser les substances nocives dans le corps (radicaux libres) (**Benzie et al., 1996 ; Halliwell et al., 2015**). La différence entre ces deux valeurs s'explique par le fait que chaque test mesure l'activité antioxydante de manière légèrement différente (**Apak et al., 2013**), le test au phosphomolybdate donnant une mesure plus globale des antioxydants présents (phénols, caroténoïdes, flavonoïdes) (**Prieto et al., 1999**).

Les écorces d'agrumes, dont la bigarade, sont bien connues pour être riches en composés bénéfiques ayant des propriétés antioxydantes (**Tripoli et al., 2007 ; Gorinstein et al., 2014**). La bigarade, en particulier, est reconnue pour ses bienfaits pour la santé (**Ghabili et al., 2015**), et des études ont déjà montré que ses composés phénoliques ont des effets antioxydants et anti-inflammatoires (**Moussa et al., 2015**).

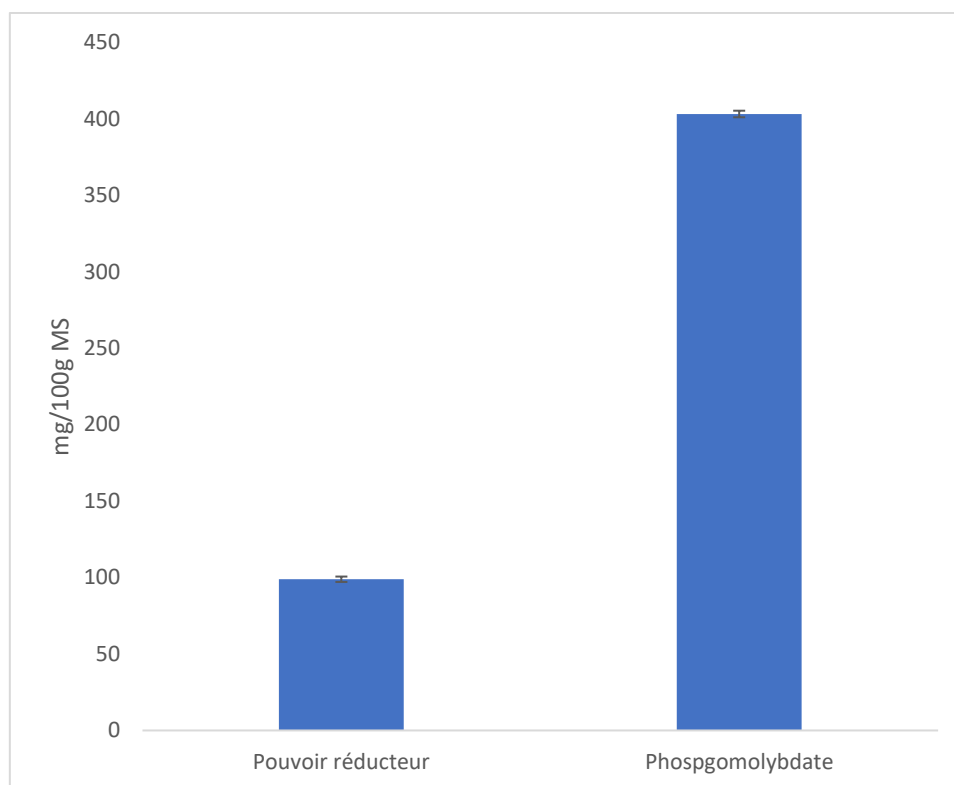


Figure 32: Pouvoir réducteur et test au phosphomolybdate d'ammonium.

Nous avons comparé nos résultats à ceux d'autres études pour mieux comprendre où se situe la bigarade. Pour la capacité antioxydante totale (test au phosphomolybdate), l'étude de **Dahmani et al. (2020)** sur l'extrait de *Citrus reticulata* a montré une valeur de 15,71 mg/g EAA. Après conversion pour une comparaison directe, cela équivaut à 1571 mg/100g EAA. Cela signifie que l'extrait de *Citrus reticulata* de cette étude a une capacité antioxydante environ 3,9 fois plus élevée que notre extrait de bigarade.

En ce qui concerne le pouvoir réducteur, notre valeur pour la bigarade est de 98,86 mg EAA/100g MS. Une autre étude de **Chabane, Bouchoucha et al. (2023)** sur des écorces d'orange (Thomson et sanguine) a trouvé des pouvoirs réducteurs beaucoup plus élevés : 6815 mg EQ/100 g de MS et 5580 mg EQ/100 g de MS. Il est important de noter que ces valeurs sont basées sur un standard de comparaison différent ("EQ", probablement de la quercétine ou de l'acide gallique), ce qui rend une comparaison directe difficile. Cependant, même en tenant compte de cette différence, les extraits d'orange de leur étude montrent un pouvoir réducteur numériquement bien supérieur au nôtre.

Les différences entre les études peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, notamment les variétés d'agrumes ayant des compositions chimiques distinctes, ainsi que les variations dans les méthodes d'extraction et d'analyse, malgré des températures de séchage similaires.

4. Spectre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Le spectre FTIR de la poudre d'écorce de bigarade révèle plusieurs bandes caractéristiques. Celle-ci indiquent la présence de différents groupements fonctionnels dans l'échantillon. L'analyse de ces bandes permet d'identifier les principaux constituants moléculaires (figure 33) (Singh et al., 2021).

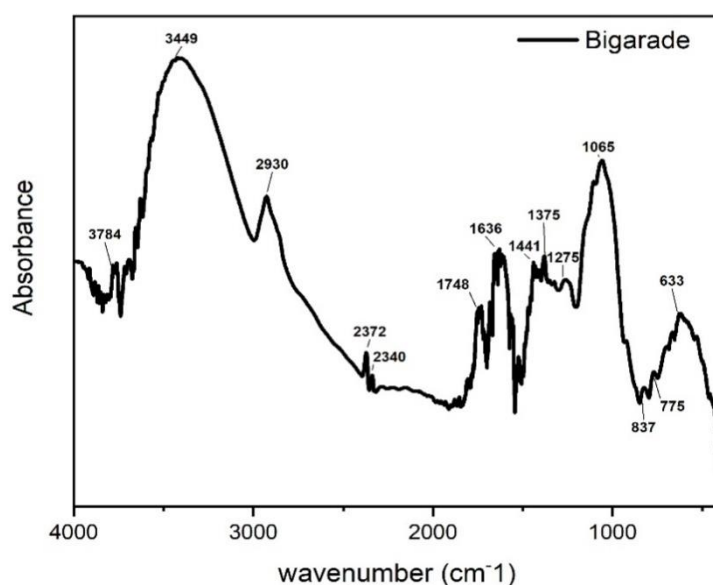


Figure 33: Spectre infra-rouge de poudre de bigarade.

- **Zone 3600-3050 cm⁻¹** : Une bande large et d'intensité marquée, centrée approximativement à 3449 cm⁻¹, constitue la principale caractéristique spectrale. Cette bande est typique des vibrations d'étirement des liaisons O-H (Singh et al., 2021), présentes dans une variété de composés hydroxylés tels que les carbohydrates (pectines, cellulose, etc.), les acides carboxyliques (acides organiques), les phénols (flavonoïdes) et l'eau adsorbée (Yacoubi et al., 2020 ; Zhang et al., 2021). Sa largeur notable suggère une interaction significative via des liaisons hydrogène inter- et intramoléculaires (Yacoubi et al., 2020). La prédominance de cette bande indique une forte concentration de ces composés dans l'échantillon.
- **Zone 3050-2800 cm⁻¹** : La bande observée à 2930 cm⁻¹ correspond aux vibrations d'élongation C-H des groupements méthyle (-CH₃) et méthylène (-CH₂), que l'on

retrouve dans les composants aliphatiques tels que les lipides, les cires et certains constituants des huiles essentielles (terpènes) (Müller et al., 2017). Bien que présente, l'intensité de cette bande est considérablement inférieure à celle de la bande O-H, suggérant une proportion relativement plus faible de ces composants par rapport aux composés hydroxylés.

- **Zone 1750-1500 cm^{-1}** : L'absorption à 1748 cm^{-1} est fréquemment attribuée aux vibrations d'élongation C=O des esters (présents dans les cires et certains métabolites secondaires) et des acides carboxyliques (acides organiques) (Yacoubi et al., 2020 ; Singh et al., 2021). La présence de cette bande indique la possible présence de ces types de composés.
 - La bande à 1636 cm^{-1} pourrait signaler des vibrations C=C des composés aromatiques (tels que les flavonoïdes et les lignines) (Khan et al., 2021) ou la vibration de déformation de l'eau absorbée (Singh et al., 2021). Distinguer entre ces deux possibilités nécessite souvent des informations complémentaires ou une analyse plus fine de la forme de la bande.
 - L'absorption à 1441 cm^{-1} est caractéristique des vibrations de déformation C-H des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$ (Kasa et al., 2020), renforçant la présence de composants aliphatiques mentionnés précédemment.
- **Zone 1200-800 cm^{-1} (Région des Empreintes Digitales)** : Cette région complexe contient des informations sur les liaisons C-O et C-C, typiques des carbohydrates [Singh et al., 2021]. La bande à 1065 cm^{-1} est couramment associée aux vibrations C-O des polysaccharides (comme la pectine, composant majeur des écorces d'agrumes) (Konwar et al., 2019 ; Zhang et al., 2021). La bande à 1375 cm^{-1} pourrait correspondre aux déformations C-H des groupes méthyle ou aux vibrations C-O-H des phénols (Singh et al., 2021). La bande à 1275 cm^{-1} peut être attribuée aux vibrations de $-\text{PO}_2^-$ que l'on rencontre dans les phospholipides et les acides nucléiques, bien que leur présence en quantité significative dans les écorces soit moins attendue et nécessiterait une confirmation par d'autres méthodes. Les bandes à 837 cm^{-1} et 775 cm^{-1} pourraient être liées aux vibrations de déformation C-H des cycles aromatiques substitués, potentiellement présents dans les flavonoïdes ou d'autres composés phénoliques (Khan et al., 2021).
- **Autres bandes :**
 - Les faibles absorptions à 3784 cm^{-1} , 2372 cm^{-1} et 2340 cm^{-1} présentent une intensité très limitée, rendant leur identification précise incertaine. La bande

à 3784 cm^{-1} pourrait être due à des vibrations O-H libres (non liées par des liaisons hydrogène), tandis que les bandes autour de 2300 cm^{-1} pourraient être attribuées à des vibrations de molécules atmosphériques (comme le CO_2 résiduel dans l'instrument) ou à des impuretés (Singh et al., 2021). La bande à 633 cm^{-1} est moins spécifique et peut résulter de vibrations de squelette ou de déformations de divers groupements fonctionnels.

L'analyse spectrale FTIR des écorces de bigarade révèle une composition chimique complexe, dominée par des composés hydroxylés, comme l'indique la bande O-H (Yacoubi et al., 2020). Cette observation suggère une abondance de carbohydrates (notamment la pectine), d'acides organiques et de composés phénoliques (Zhang et al., 2021 ; Khan et al., 2021). Les liaisons hydrogène contribuent à la structure de ces composés.

La faible intensité de la bande C-H indique une proportion relativement faible de lipides et de constituants terpéniques (Müller et al., 2017). La présence de bandes C=O et C=C confirme la diversité des groupements fonctionnels, incluant potentiellement des esters, des acides carboxyliques et des flavonoïdes (Khan et al., 2021) connus pour être présents dans les agrumes. L'analyse de la région des empreintes digitales renforce la présence de polysaccharides (Konwar et al., 2019).

5. Évaluation de l'impact d'un enrobage sur la qualité des fraises

La fraise est un fruit hautement périssable dont la qualité diminue rapidement après récolte en raison de sa forte teneur en eau (Bigot, 2015) et de sa susceptibilité aux altérations physiologiques et microbiennes (UC Davide, nd). La réfrigération est une méthode de conservation courante, mais l'application d'enrobages comestibles représente une stratégie complémentaire pour optimiser la durée de vie commerciale (Ontario.ca, sd). Cette section présente et discute les observations visuelles de fraises traitées avec un enrobage gélatine-pectine-poudre-glycérol et stockées au réfrigérateur, comparées à des témoins (figure 34).

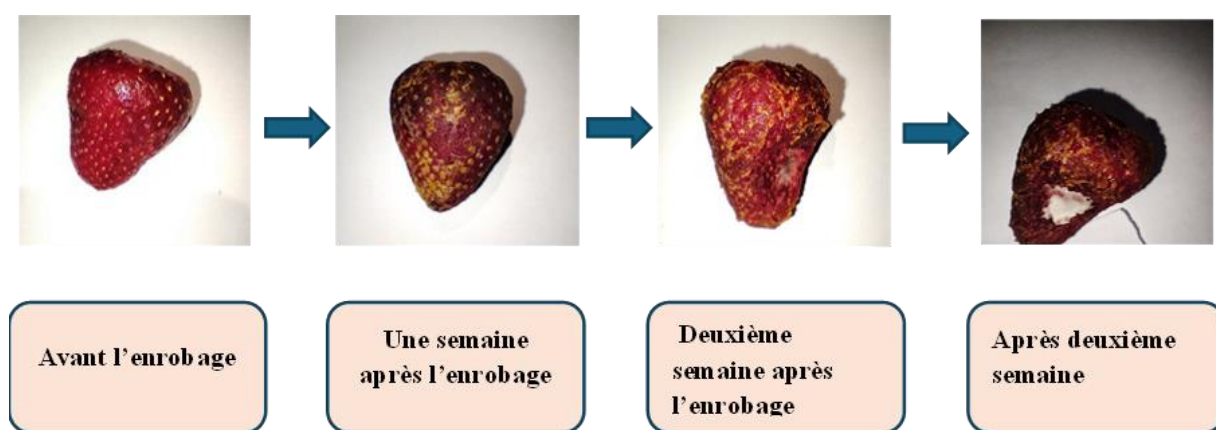


Figure 34: Suivi de l'effet de l'enrobage sur les fraises.

5.1. Amélioration de la qualité des fraises

L'enrobage des fraises a montré une efficacité notable, permettant de préserver leur forme, turgescence et couleur rouge vif, tout en réduisant les signes de dégradation par rapport aux fraises non traitées, même après stockage au réfrigérateur. Les fraises enrobées ont moins flétri, sont restées fermes et ont présenté peu ou pas de moisissure, avec une odeur naturelle préservée.

Ces résultats soulignent une synergie positive entre l'application de l'enrobage et le stockage au réfrigérateur. La basse température du réfrigérateur ralentit déjà considérablement les processus métaboliques du fruit (respiration, transpiration) et la croissance microbienne. L'enrobage comestible vient renforcer cette protection en agissant comme une barrière physique supplémentaire (Miteluț et al., 2021).

Le film formé par la gélatine et la pectine, plastifié par le glycérol, a créé une barrière autour du fruit (Miteluț et al., 2021). Cette barrière a réduit la perte d'eau, aidant ainsi à maintenir la fermeté et la turgescence des fraises, ce qui est essentiel pour leur aspect commercial. D'autres études confirment que ce type d'enrobage limite la perte de poids et préserve la qualité des fruits après récolte (Miteluț et al., 2021 ; Duong et al. 2022)

La couleur rouge a été mieux préservée grâce à la barrière de l'oxygène créée par l'enrobage. Les pigments des fraises, sensibles à l'oxydation, sont ainsi protégés. L'enrobage ralentit donc le brunissement aide à garder un aspect frais (Yang et al., 2014), contribuant à maintenir l'aspect frais du fruit. Des études antérieures ont également montré que les enrobages

à base de polymères naturels peuvent maintenir la couleur des fruits sensibles à l'oxydation en limitant l'oxydation des pigments (Yang et al., 2014 ; Miteluț et al., 2021).

5.2. Inhibition de la croissance microbienne

Les fraises enrobées présentent peu ou pas de moisissure ni de pourriture, contrairement aux fraises non traitées, qui montrent une détérioration visible. Cette réduction de la moisissure est cruciale pour prolonger la conservation des fraises, sensibles aux infections fongiques telles que *Botrytis cinerea* (pourriture grise). L'enrobage agit de deux manières : en formant une barrière physique contre les micro-organismes et en offrant une activité antimicrobienne grâce aux composés de l'écorce de bigarade (Miteluț et al., 2021 ; Essadik et al., 2014).

5.3. Qualités Organoleptiques

Les résultats montrent que l'enrobage a permis de conserver l'odeur naturelle des fraises, ce qui est un aspect positif durant toute la période de stockage. L'arôme des fruits est resté intact, sans odeur indésirable liée à l'enrobage ou à la détérioration.

Préserver l'arôme est essentiel pour les produits frais, car cela influence l'acceptabilité par les consommateurs. L'enrobage n'ayant pas modifié l'odeur des fraises, il laisse passer les molécules responsables de l'arôme tout en protégeant le fruit, un avantage par rapport à d'autres méthodes de conservation qui peuvent altérer les qualités organoleptiques (Miteluț et al., 2021).

En conclusion, les observations visuelles (Figure 34) montrent que l'enrobage à base de gélatine-pectine-poudre-glycérol prolonge efficacement la durée de conservation des fraises. Ce film une barrière protectrice, limite la perte d'humidité, ralentit l'oxydation responsable de la décoloration, et réduit le développement microbien. De plus, il permet ainsi de préserver la qualité visuelle, l'arôme et la fermeté des fraises pendant le stockage au réfrigérateur.

6. Caractéristiques phytochimiques et antioxydantes des films

6.1. Caractérisation des Films à Base de Pectine Enrichis par la Poudre d'Écorce de Bigarade

Dans cette partie, nous présentons les résultats de l'activité antioxydante des films élaborés à partir de pectine, enrichis en poudre d'écorce de *citrus aurantium L* (bigarade) à différentes concentrations. L'objectif est d'évaluer comment l'ajout de cette poudre influence

les propriétés bioactives des films, en particulier leur teneur en composés phénoliques et leur activité antioxydant (Figure 35).

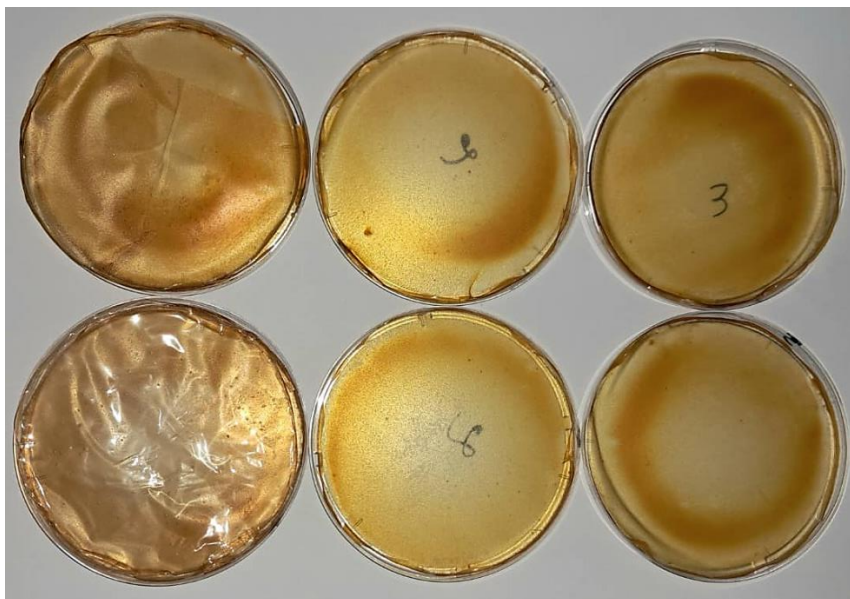


Figure 35 : Préparation des films à base de pectine a différentes concentrations de poudre.

6.2. Teneur en Polyphénols Totaux

L'analyse des comparaisons de Tukey révèle des différences significatives entre les moyennes des différents facteurs. **S4** présente la moyenne la plus élevée (80.7750mg GAE/g MS), indiquant un effet nettement meilleur que les autres groupes. **S3** (51.3450) est également supérieur à **S2** (47.3950 mg GAE/g MS), **S1** (43.1200mg GAE/g MS) et **témoin** (27.6800mg GAE/g MS), mais reste inférieur à **S4**. **S2** et **S1** montrent une différence significative, avec **S2** étant plus performant. Enfin, **témoin** à la moyenne la plus basse et est significativement différent des autres, soulignant son effet moins favorable. Ainsi, les résultats indiquent que les valeurs plus élevées correspondent à des effets plus positifs des facteurs testés.

Cette augmentation dose-dépendante de l'activité antioxydant est cohérente avec des recherches antérieures sur les polyphénols d'agrumes (**M'hiri et al, 2017**). De plus, **Mahato et al, 2019** mettent en évidence que les procédés d'extraction et la forme d'incorporation de la poudre peuvent modifier la biodisponibilité des composés actifs, ce qui pourrait expliquer en partie les différences de concentration entre les études.

Cependant, il est important de noter que la concentration optimale de 7,5% que nous avons identifiée est considérablement plus élevée que celle rapportée dans des études similaires, comme celle utilisant des extraits de grenade (**Diaz-Herrera et al., 2023**). Cette différence pourrait être due à plusieurs facteurs, notamment la nature spécifique des composés

antioxydants présents dans la bigarade (principalement des flavonoïdes), les interactions particulières avec le glycérol dans notre matrice de film, et la méthode d'incorporation de la poudre sèche par opposition aux extraits liquides (M'hiri et al, 2017).

En conclusion, ces résultats confirment le potentiel des écorces de bigarade comme additif fonctionnel pour conférer des propriétés antioxydantes.

6.3. Teneur en Flavonoïdes

L'analyse des flavonoïdes dans les films enrichis par les écorces d'agrumes révèle des différences marquées entre les groupes. S4 affiche la concentration la plus élevée de flavonoïdes (8.3086mg QE/g), suivie de S3 (6.5050 mg QE/g), S2 (5.266mg QE/g), S1 (3.2026mg QE/g) et enfin témoin (0.6069mg QE/g). Ces résultats indiquent que l'ajout d'écorces d'agrumes dans les films comestibles augmente significativement la teneur en flavonoïdes, ce qui est bénéfique pour la qualité nutritionnelle des produits.

Les films enrichis semblent offrir des propriétés antioxydantes supérieures, ce qui contribue à prolonger la durée de conservation des aliments tout en préservant leur qualité organoleptique. Les différences significatives observées entre les groupes soulignent l'importance de ces films dans l'optimisation des effets bénéfiques des flavonoïdes sur la santé.

Comme pour les polyphénols, le film témoin a présenté une faible teneur en TFC (0,60 mg QE/g). L'ajout de poudre d'écorce de bigarade a conduit à une augmentation remarquable et progressive du TFC dans les films enrichis, atteignant un maximum de $8,30 \pm 0,07$ mg QE/g pour la Solution 4 (7,5% de poudre). Cette observation est cohérente avec la richesse connue de l'écorce de bigarade en flavonoïdes, comme l'hespéridine et la néo hespéridine (Bakari et al., 2021 ; Li et al., 2021). La corrélation positive entre l'augmentation de la concentration de poudre et la teneur en flavonoïdes démontre la capacité de la matrice de pectine à incorporer efficacement ces composés bioactifs, qui représentent une part significative des polyphénols totaux (Galgano et al., 2020). Des travaux sur des films bioactifs incorporant des extraits d'agrumes ont également montré une incorporation réussie des flavonoïdes (Alhassan et al., 2021).

6.4. Activités Antioxydantes

6.4.1. Test ABTS

D'après analyse statistique (ANOVA, $p < 0,05$) révèle une influence significative de la concentration en poudre d'écorces d'agrumes de bigarade sur les propriétés antioxydantes des

films (**Tableau VI**). Concernant l'activité antioxydant ABTS : S4 présente une activité la plus élevée (87,81%), significativement supérieure aux autres formulations. Les valeurs décroissent progressivement avec la concentration : S3(67,44%) > S2(65,46%) > S1(58,2%) > Témoin (35,26%).

Tableau IV : Pourcentages d'inhibition du radical ABTS à différentes concentrations en poudre.

Film	Concentration de Poudre	ABTS (% d'inhibition) $\pm$ Écart-type
Témoin	0%	35,26 $\pm$ 0,78 ^E
Solution 1	1,5%	58,2 $\pm$ 3,96 ^D
Solution 2	3%	65,46 $\pm$ 0,14 ^C
Solution 3	4,5%	67,44 $\pm$ 0,21 ^B
Solution 4	7,5%	87,81 $\pm$ 0,14 ^A

- **Interférence de la matrice du film** : la pectine ou le glycérol pourraient interagir avec le radical ABTS, ou avec les antioxydants, réduisant leur accessibilité ou leur efficacité. De plus, des interactions complexes entre la poudre et la matrice du film peuvent limiter la disponibilité des antioxydants (**Magalhães et al., 2023**). Le pH de la solution de test et du film pourrait également jouer un rôle (**Prior et al., 2021**).
- **Agrégation des composés** : Une concentration élevée de composés phénoliques dans le film peut favoriser leur agrégation, ce qui diminue la disponibilité des sites actifs pour neutraliser le radical ABTS (**Cui et al., 2020**).
- **Méthodologie du test sur film** : La façon dont le test est réalisé (par exemple, dissolution ou simple contact du film avec la solution ABTS) peut influencer la libération et efficacité des antioxydants. Une extraction insuffisante des composés actifs du film pourrait expliquer la faible activité mesurée (**Magalhães et al., 2023**).

6.4.2. Pouvoir Réducteur

Conformément au test ABTS, les résultats du pouvoir réducteur montrent une évolution évidente et conforme aux attentes. Le film témoin présente un pouvoir réducteur de 40,55 mg EAA/100g. L'incorporation de la poudre d'écorce de bigarade entraîne une augmentation significative du pouvoir réducteur des films enrichis liée à la concentration de poudre, atteignant un maximum de 73,65 mg EAA/100g pour la Solution 4 (7,5% de poudre). Ce résultat est en adéquation avec les teneurs croissantes en polyphénols et flavonoïdes observées dans les mêmes

films, puisque le pouvoir réducteur est directement lié à la capacité des antioxydants à donner des électrons et à réduire les espèces oxydantes (**Benzie&Strain, 1996**). Cette augmentation du pouvoir réducteur témoigne que les films enrichis obtiennent des propriétés antioxydantes grâce à la poudre de bigarade (**Galgano et al., 2020**). Des films bioactifs incorporant des sources naturelles d'antioxydants présentent généralement une amélioration de leur pouvoir réducteur (**Galgano et al., 2020**). La différence entre les résultats de l'ABTS et du pouvoir réducteur pour les films enrichis est un point crucial à discuter.

Le pouvoir réducteur étant une mesure différente de l'ABTS (qui est un piègeur de radicaux), il est possible que les interférences ou les mécanismes d'action soient différents dans les deux essais, ou que certains composés antioxydants aient une meilleure capacité réductrice que de neutralisation de radicaux spécifiques dans le film (**Magalhães et al., 2023**).

En synthèse, l'incorporation de la poudre d'écorce de bigarade dans les films de pectine a permis d'augmenter de manière significative leurs teneurs en polyphénols et flavonoïdes totaux, démontrant enrichissement intéressant. Cette augmentation se traduit logiquement par une amélioration du pouvoir réducteur des films. Cependant, les résultats du test ABTS, montrant une diminution inattendue de l'activité antioxydante pour les films enrichis par rapport au témoin. Cette observation pourrait être le résultat d'interactions complexes entre la matrice polymérique, les composés antioxydants incorporés et le radical ABTS, ou d'autres limitations méthodologiques spécifiques à ce test sur ce type de matrice. Malgré cela, la présence de polyphénols et de flavonoïdes, avec un pouvoir réducteur amélioré, montre le potentiel de ces films enrichis comme matériaux bioactifs.

7. Spectre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) du film

L'analyse FTIR des Films Pectine-Glycérol avec Poudre d'Écorces d'Agrumes a donné les spectres de la figure ci-dessous. La Figure 36 présente les spectres des films témoins (0% de poudre), S1 (1,5%), S2 (3%) et S3 (4,5%).

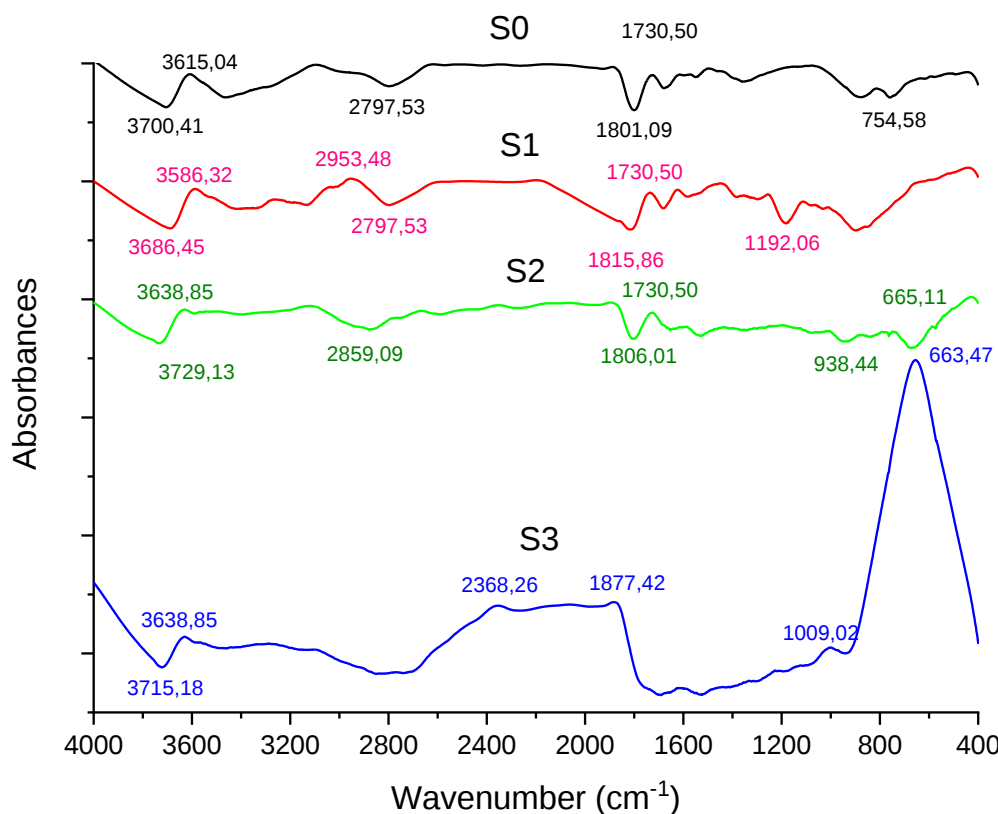


Figure 36 : Spectres infra-rouge des différentes solutions de film enrichis en poudre d'écorces de bigarade.

❖ Film témoin (S0: Pectine + Glycérol)

Le spectre S0 révèle les bandes caractéristiques : une large bande O-H entre 3700 et 3000 cm^{-1} (pic à 3615,04 cm^{-1}), ce qui signifie la présence d'un vaste réseau de liaisons hydrogène (Stuart, 2004). La bande intense à 1730,50 cm^{-1} est due à l'étirement du C=O des groupes esters et acides carboxyliques de la pectine (Kacurakova et al., 2000). Les bandes autour de 2953 cm^{-1} et 2797 cm^{-1} correspondent aux étirements C-H aliphatiques (Coates, 2000). Le pic à 754,58 cm^{-1} est associé aux vibrations du squelette ou aux déformations O-H (Dos, et al., 2022).

❖ Impact de la Poudre d'Écorces d'Agrumes sur les Films Polymères

L'intégration de poudre d'écorces d'agrumes dans les films polymères (échantillons S1, S2, S3) entraîne des modifications spectrales importantes, ce qui témoigne d'interactions notables entre le polymère et la poudre.

Dans la région O-H (3000-3700 cm^{-1}), la bande large des liaisons hydroxyle devient plus définie et se décale légèrement vers des nombres d'onde supérieurs, avec l'apparition de nouveaux pics.

Ces observations suggèrent une altération du réseau de liaisons hydrogène existant et la formation de nouvelles liaisons entre la matrice du film et les groupes hydroxyle présents dans les polysaccharides et les phénols des écorces d'agrumes (**Al-Ghouti et al., 2022**).

Concernant la région C=O ($1700-1800\text{ cm}^{-1}$), bien que la bande d'origine à $1730,50\text{ cm}^{-1}$ reste présente, une nouvelle bande se manifeste et se déplace vers des nombres d'onde plus élevés à mesure que la concentration en poudre augmente. Cela indique des modifications dans l'environnement des groupes carboxyle, probablement dues à des interactions électrostatiques ou à des liaisons hydrogène, ou à l'introduction de nouveaux groupes C=O provenant de la poudre d'agrumes (**Saragih et al., 2022**).

La région C-H ($2800-3000\text{ cm}^{-1}$) montre une persistance des bandes C-H dans les échantillons S1 et S2. Cependant, pour l'échantillon S3, à plus forte concentration, ces bandes semblent disparaître ou être masquées par l'émergence de nouvelles bandes. Ceci peut indiquer des changements structuraux plus prononcés ou un effet de concentration élevé de la poudre (**Park et al., 2019**).

Enfin, la région des empreintes digitales ($< 1500\text{ cm}^{-1}$) révèle des changements significatifs, tels que l'apparition de nouveaux pics ou des variations dans leur intensité. Ces modifications sont généralement attribuées à la présence de polysaccharides (comme la cellulose et l'hémicellulose) et aux vibrations des liaisons C-O-C, caractéristiques des éthers et alcools, qui sont abondants dans les écorces d'agrumes (**Synytsya& Novak., 2014; Van Soest et al., 1991**).

Conclusion

Conclusion

Ce travail a pour but de concevoir un emballage innovant à partir d'écorces d'agrumes, un déchet de l'industrie alimentaire. Notre objectif était de trouver une solution plus écologique aux emballages actuels et de lutter contre le gaspillage alimentaire. Pour cela, nous avons cherché à utiliser les substances naturelles présentes dans ces écorces pour rendre les emballages "bioactifs", c'est-à-dire capables de protéger les aliments.

Les résultats obtenus ont montré que les extraits d'écorces d'agrumes sont riches en composés qui peuvent agir comme des antioxydants, et potentiellement aussi freiner la croissance des microbes. En les intégrant dans un film biodégradable, ces films sont présentés une teneur élevée en polyphénols totaux (jusqu'à 80,7750 mg GAE/g MS) et en flavonoïdes (jusqu'à 8,3086 mg QE/g MS). De plus, ces films ont démontré une activité antioxydante significative (jusqu'à 87,81% pour le test ABTS) et un pouvoir réducteur accru (jusqu'à 73,65 mg EAA/100g). L'analyse FTIR a également confirmé l'interaction réussie entre le polymère et la poudre d'écorce, indiquant des modifications spectrales importantes. Ces résultats démontrent que nous avons réussi à concevoir un emballage qui pourrait aider à conserver les aliments plus longtemps en les protégeant de l'oxydation et des micro-organismes. Cette approche est très intéressante car elle transforme un déchet en un produit bioactif, s'inscrivant ainsi dans une démarche de recyclage et de valorisation (Storey et al., 2015).

Au-delà des bénéfices pour l'environnement (moins de déchets, utilisation de ressources renouvelables), ces emballages bioactifs pourraient améliorer la sécurité de nos aliments et réduire les pertes après la récolte. C'est une contribution importante pour une meilleure gestion de notre alimentation (Kumar et al., 2022).

En perspective, il serait intéressant d'étudier le comportement de ces substances actives dans l'emballage sur une longue durée, et tester ces emballages sur d'autres variétés de produits. Il serait aussi pertinent d'explorer d'autres méthodes d'extraction et d'intégrer ces composés, et s'assurer que les films ne sont pas intoxiqués pour la consommation.

Références bibliographiques

A

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

Al Riza, D. F., Yolanda, J., Tulsi, A. A., Ikarini, I., Hanif, Z., Nasution, A., & Widodo, S. (2023). Prédiction du niveau de maturité de la mandarine (*Citrus reticulata* Blanco cv. Batu 55) à l'aide de la spectroscopie combinée réflectance-fluorescence. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 302, 123061.

<https://doi.org/10.1016/j.saa.2023.123061>

Alhassan, S. J., et al. (2021). Bioactive compounds from citrus peel for sustainable food and health. *Foods*, 10(12), 2963. <https://doi.org/10.3390/foods10122963>

Allais, D. (2009). Phytothérapie : L'oranger amer ou bigaradier. *Actualités Pharmaceutiques*, (488), 47–49.

Al-Ghouti, M. A., & Al-Jufout, L. (2022). Citrus peel as a source of pectin: A review of the extraction methods and applications. *Food Hydrocolloids*, 123, 107141. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107141>

Amira, R. F., & Haddad, C. (2024). *Valorisation des écorces d'agrumes et mélasse pour la fabrication de l'acide citrique* [Mémoire de master, Université 8 Mai 1945–Guelma].

Apak, R., et al. (2013). Methods of measurement and evaluation of antioxidant capacities of natural compounds and their mixtures by UV–VIS spectrophotometry: an overview. *Pure and Applied Chemistry*, 85(5), 947-978.

Audic, J. L., Poncin-Espallard, F., Reyx, D., & Brosse, J. C. (2000). Emballage plastique des produits alimentaires. *Annales des falsifications de l'expertise chimique et toxicologique*, 95(1), 215–226.

B

Bakari, R., Elamrani, A., & El Khanchoufi, A. (2021). Phytochemical composition and antioxidant potential of different extracts from Moroccan *Citrus aurantium* L. (bitter orange) peels. *Journal of Medicinal Plants Research*, 15(4), 163-172.

<https://academicjournals.org/journal/JMPR/article-full-text-pdf/265F09B66347>

Références bibliographiques

Baner, A., Brandsch, J., Franz, R., & Piringer, O. (1996). The application of a predictive migration model for evaluating the compliance of plastic materials with European food regulations. *Food Additives & Contaminants*, 13(5), 587–601.

Benbettaieb, N. (2015). *Étude des films biodégradables à base de biopolymères pour l'emballage alimentaire* (Thèse de doctorat, Université de Tunis).

Benbettaib N., Karbowiak T., Debeaufort F (2017). Films comestibles bioactifs pour les applications alimentaires : influence des composés bioactifs sur la structure et les propriétés du film. 67). Woodhead Publishing.

Bentayeb, K., Rubio, C., Batlle, R., & Nerín, C. (2007). Direct determination of carnosic acid in a new active packaging based on natural extract of rosemary. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 389, 1989–1996.

Benzie, I. F. F., & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70-76.
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0003269796001077>

Bigot, S. (2015). Discrimination des fruits issus de l'agriculture biologique par analyse comparative de leurs communautés microbiennes (Thèse de doctorat). CIRAD.

Bonnaillie, C., et al. (2012). Étude de l'extraction de composés phénoliques à partir de pellicules d'arachide (*Arachis hypogaea* L.). *Revue de génie industriel*, 7, 35–45.

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

Bouzouina, M. (2013). *Influence des composés phénoliques des feuilles de Citrus sur le développement des larves de Phyllocnistis citrella (Lepidoptera: Gracillariidae) dans un milieu semi-contrôlé*. [Thèse].

Breceda-Hernandez, T. G., Martínez-Ruiz, N. R., Serna-Guerra, L., & Hernández-Carrillo, J. G. (2020). Effect of a pectin edible coating obtained from orange peels with lemon essential oil on the shelf life of table grapes (*Vitis vinifera* L. var. Red Globe). *International Food Research Journal*, 27(3), 585–596.

Breder, C. V. (1988). Migration of packaging components to foods: regulatory considerations. In J. H. Hotchkiss (Ed.), *Food and packaging interactions* (pp. 159–169). Washington, DC: American Chemical Society.

Références bibliographiques

Briki, S. (2021). *Effet des techniques de conservation sur la qualité de la grenade* [Thèse de doctorat].

Brunet, R., Favard, J., & Botrel, J. (s. d.). Dosage des monomères de synthèse et adjuvants. In J.-L. Multon (Ed.), *Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires* (2e éd., pp. 389–398). Paris : Lavoisier – Tec & Doc.

C

Campa, C. B. (2011). *Évaluation de la migration des constituants de l'emballage en polyéthylène téréphtalate (PET) vers l'eau, des facteurs d'influence et du potentiel toxique des migrants* [Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Lorraine].

Chabane, M., & Bouchoucha, R. (2023). *Effet du séchage et son impact sur les propriétés physico-chimiques et biologiques des écorces d'agrumes* [Mémoire de master, Université A. Mira–Bejaia].

CHABANE, M., et al. (2023). Effet du séchage et son impact sur les propriétés physicochimique et biologique des écorces d'agrumes. Mémoire de master spécialité science alimentaire, université de Béjaia. 87 p.

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

Coates, J. (2000). Interpretation of infrared spectra, a practical approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory, and Instrumentation*, 10815-10831.

Chérif, R. (1994). *Contribution à l'étude de l'enrobage des particules solides en lit fluidisé* [Thèse, INP Toulouse].

Cooper, I., Goodson, A., & O'Brien, A. (1998). Specific migration testing with alternative fatty food simulants. *Food Additives & Contaminants*, 15(1), 72–78.

Correia, A., Loro, A., Zanatta, S., Spoto, M., & Vieira, T. (2015). Effect of temperature, CTAC. (2010). *Guide de l'emballage alimentaire*. [Organisation].

Cui, L., et al. (2020). Interaction between polyphenols and food biopolymers: A review. *Molecules*, 25(10), 2269. <https://doi.org/10.3390/molecules25102269>

Cuq, B., Gontard, N., & Guilbert, S. (1995). In M. L. Rooney (Ed.), *Active Food Packaging* (pp. 111–142). Londres : Blackie Academic and Professional.

Références bibliographiques

Curk, F., Luro, F., Minuto, G., & Nieddu, G. (2023). *Les agrumes du Nord de la Méditerranée*. Nice: Éditions Alain Piazzola.

D

Dahmani, S., Chabir, R., Errachidi, F., Berrada, W., Lansari, H., Benidir, M., ... & Bour, A. (2020). Evaluation of in vivo wound healing activity of Moroccan *Citrus reticulata* peel extract. *Clinical Phytoscience*, 6, 1-9.

De Santis, D., & Frangipane, M. T. (2020). *Citrus aurantium* L. : Impact du cultivar sur le profil sensoriel. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 20, 100203.
<https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2020.100203>

Design Media Publishing (UK) Limited. (2015). Conception d'emballage alimentaire (p. 8). ISBN 978-1-910596-02-9.

Dias Bertoco Júnior, F., Marusa Pergo Coelho, É., Feiten, M. C., & Bolanho Barros, B. C. (2025). Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds and flavonoids from banana inflorescence and characterization of its fibrous residue. *Separations*, 12(5), 109.
<https://doi.org/10.3390/separations12050109>

Diaz-Herrera, R., Alvarez-Pérez, O. B., Ventura-Sobrevilla, J., Ascacio-Valdés, A., Aguilar-Gonzalez, M. A., Buenrostro-Figueroa, J., & Aguilar, C. N. (2023). Pomegranate peel polyphenols as an antioxidant additive for the development and characterization of a new active pectin edible film. *eFood*, 4(6), e115.

Directive 94/62/CE du Parlement européen et du Conseil (1994, 20 décembre). *Journal officiel des Communautés européennes*, L 365, 10–23.

Dongre, P., Doifode, C., Choudhary, S., & Sharma, N. (2023). Description botanique, composition chimique, usages traditionnels et pharmacologie de *Citrus sinensis* : Une revue mise à jour. *Pharmacological Research – Modern Chinese Medicine*, 8, 100272.
<https://doi.org/10.1016/j.prmcm.2023.100272>

Dos Santos, D. M. L., Júnio, F. F. D. S., Diniz, P. D. A., Moreira, L. S., D. Sousa, M. A. F., Andrade, C. F. S., & Andrade, E. H. A. D. (2022). Spectroscopic characterization of pectin-based films: Effect of glycerol concentration. *Polymers*, 14(19), 4172.
<https://doi.org/10.3390/polym14194172>

Références bibliographiques

Duong, N. T. C., Uthairatanakij, A., Laohakunjit, N., Jitareerat, P., & Kaisangsri, N. (2022). An innovative single step of cross-linked alginate-based edible coating for maintaining postharvest quality and reducing chilling injury in rose apple cv. 'Tabtimchan' (*Syzygium samarangense*). *Scientia Horticulturae*, 292, 110648. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2021.110648>

E

Egbonu, A. C. C. and C. A. Osuji (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 Kantar, S. (2019). *Valorisation des coproduits issus des industries d'agrumes : extraction des molécules bioactives par des technologies innovantes*. [Thèse].

Escartin, I. (2011). *Guide des agrumes : découvrez le chemin des plantes* (n° 13). Castres : Institut KOLORANE.

Essadik, F., et al. (2014). Évaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne des extraits des oranges amères (*Citrus aurantium* L.). *Proceedings of « Innovation Thérapeutique : du Fondamental à l'Appliqué »*, Rabat, 17-18.

F

Farhat, A. (2011). Composition chimique globale et teneur des écorces d'agrumes. *Agro-industrie*, 35(167), 20–24.

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, global yield and mechanism. *Food Chemistry*, 125, 255–261.

Feigenbaum, A., Riquet, A.-M., Ducruet, V., & Scholler, D. (1993). Safety and quality of foodstuffs in contact with plastic materials: A structural approach. *Journal of Chemical Education*, 70(11), 883.

G

Galgano, F., et al. (2020). Recent advances in edible films and coatings enriched with natural antioxidants for food preservation. *Foods*, 9(12), 1709. <https://doi.org/10.3390/foods9121709>

Références bibliographiques

- Ghabili, M., et al. (2015). *Citrus aurantium* Linn.: A review of its traditional uses, phytochemistry, and pharmacology. *Journal of Pharmacopuncture*, 18(3), 1-13.
- Gontard, N. (2000). *Les emballages actifs*. Paris : Tec & Doc.
- Gontard, N. (2015). L'emballage alimentaire. In C. Esnouf, J. Fioramonti, & B. Laurieux (Eds.), *L'alimentation à découvert* (p. 90). Paris : CNRS Éditions.
- Gontard, N., Guillard, V., Gaucel, S., & Guillaume, C. (2017). L'emballage alimentaire et l'innovation écologique dans toutes leurs dimensions. *Innovations Agronomiques*, 58, 1–9.
- Gorinstein, S., et al. (2014). The analysis of various procyanidins, total phenolics, and antioxidant activity of different parts of *Citrus aurantium*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(19), 4279-4286.
- Gorinstein, S., Leontowicz, H., Leontowicz, M., Najman, K., Drzewiecki, J., Jastrzebski, Z., & Trakhtenberg, S. (2014). Comparative content of some bioactive compounds in citrus fruits. *Food Chemistry*, 85(3), 437–442.
- Guilbert, S., & Cuq, B. (1998). *L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation*. Paris: Tec & Doc – Lavoisier.

H

- Halliwell, B., & Gutteridge, J. M. C. (2015). *Free Radicals in Biology and Medicine* (5th ed.). Oxford University Press.
- Huet, R., & Ledergerber, A. (1964). Valorisation des sous-produits d'agrumes (les écorces d'agrumes pour l'alimentation du bétail). Cayenne : Institut Français de Recherches Fruitières Outre-Mer (IFAC).
- Hervé M. (2002). Fonction Emballage.

I

- ISO. (1985). *Céréales et produits céréaliers – Détermination de la teneur en eau (712:1985)*. Genève : Organisation Internationale de Normalisation.

K

- 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 and oil

Références bibliographiques

holding capacities of orange (*Citrus sinensis*) peel and leaves. *Journal of Food Engineering*, 7(5), 1–25.

Karou, D., et al. (2005). Antioxidant and antibacterial activities of polyphenols from ethnomedicinal plants of Burkina Faso. *African Journal of Biotechnology*, 4(8), 823–828.

Kasa, H., et al. (2020). Physicochemical properties of cellulose and hemicellulose extracted from various biomasses. *Polymers*, 12(11), 2686. <https://doi.org/10.3390/polym12112686>

Kester, J. J., & Fennema, O. R. (1986). *Food Technology*, 40(12), 47–59.

Khan, M. K., et al. (2021). Extraction and characterization of phenolic compounds from citrus peels: A comprehensive review. *Foods*, 10(4), 793. <https://doi.org/10.3390/foods10040793>

Klimczak, I., et al. (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.

Kacurakova, M., Capek, P., Sasinkova, V., Hribalova, V., & Hirsch, J. (2000). FTIR spectroscopy of pectin-monosaccharide complexes. *Carbohydrate Research*, 327(3), 329-335.

Klimek-Szczykutowicz, M., Szopa, A., & Ekiert, H. (2020). *Citrus limon* (Lemon) phenomenon—A review of the chemistry, pharmacological properties, applications in the modern pharmaceutical, food, and cosmetics industries, and biotechnological studies. *Plants*, 9(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/plants9010119>

Konkol, L. (2004). *Contaminants levels in recycled PET plastic* [Thèse, Swinburne University of Technology].

Konwar, A., Deka, A., & Das, M. (2019). Extraction and characterization of pectin from orange peel using different techniques. *Carbohydrate Polymers Technologies and Applications*, 1, 1000007. <https://doi.org/10.1016/j.cptech.2019.100007>

Kouame, A. E. E. (2004). *Étude de migration des antioxydants phénoliques dans les boissons en sachet* [Thèse de doctorat, Université Cheikh Anta Diop de Dakar].

Kourou, F., & Idris, R. (2024). *Écorces d'agrumes : composition, propriétés et valorisation en agroalimentaire* [Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou].

Kumar, B., Smita, K., Galeas, S., Sharma, V., Guerrero, V. H., Debut, A., & Cumbal, L. (2020). Caractérisation et application de nanoparticules d'oxyde de fer biosynthétisées à

Références bibliographiques

l'aide d'écorces de *Citrus paradisi* : une approche durable. *Inorganic Chemistry Communications*, 119, 108116. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2020.108116>

Kumar, T. S., et al. (2008). Evaluation of antioxidant properties of *Elaeocarpus ganitrus* Roxb. leaves.

Kumar, L., Ramakanth, D., Akhila, K., et Gaikwad, KK (2022). Films et revêtements comestibles pour l'emballage alimentaire : une revue. *Environmental Chemistry Letters*, 1-26.

L

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.

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., et al. (2012). "Influence des méthodes de séchage sur la qualité des tomates séchées (variété Zahra)." *Journal of Renewable Energies* 15(2) : 285-295.

Ledesma Escobar, C. A., & Luque de Castro, M. D. (2014). Organisation d'un événement sur le thème des écorces d'agrumes. In APA, *Activités pédagogiques en botanique* (pp. 45–47).

Li, D., et al. (2021). Characterization of citrus peels and their application as functional ingredients: A review. *Foods*, 10(12), 2963. <https://doi.org/10.3390/foods10122963>

Li, Y., Liu, J., Li, J., Xiao, H., Xu, Y., Fan, S., Xie, Z., Guo, M., Yang, H., Jing, X., & Cheng, C. (2023). Chemical characterization and discovery of novel quality markers in *Citrus aurantium* L. fruit from traditional cultivation areas in China using GC-MS-based cuticular waxes analysis. *Food Chemistry: X*, 18, 100477.

Liouane, L., & Fatiha, B. (2015). Défis techniques du traitement et de la conservation des écorces d'agrumes. *Agro-industrie*, 39(181), 22–27.

Lu, Y., et al. (2006). Citrus flavonoids in fruit and traditional Chinese medicinal food ingredients in China. *Plant Foods for Human Nutrition*, 61, 55-63.

M

Références bibliographiques

- Mahato, N., Sinha, M., Sharma, K., Koteswararao, R., & Cho, MH (2019). Techniques modernes d'extraction et de purification pour l'obtention de composés bioactifs de haute pureté de qualité alimentaire et de coproduits à valeur ajoutée à partir de déchets d'agrumes. *Foods*, 8 (11), 523.
- 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* [Thèse de doctorat, Université de Lorraine].
- Magalhães, L., et al. (2023). In vitro antioxidant assays: Limitations and validation. *Molecules*, 28(20), 7083. <https://doi.org/10.3390/molecules28207083>
- M'hiri, N., Ioannou, I., Ghoul, M., & Boudhrioua, N. M. (2017). « Phytochemical characteristics of citrus peel and effect of conventional and nonconventional processing on phenolic compounds: A review. » *Food Reviews International*, 33(6), 587-619.
- Mehmood, B., et al. (2015). "in vitro assessment of antioxidant, antibacterial and phytochemical analysis of peel of Citrus sinensis." *Pakistan journal of pharmaceutical sciences* 28(1).
- Miteluț, A. C., et al. (2021). Latest developments in edible coatings on minimally processed fruits and vegetables: A review. *Foods*, 10, 2821. <https://doi.org/10.3390/foods10112821>
- Moussa, A. Y., et al. (2015). Antioxidant and anti-inflammatory activities of *Citrus aurantium* L. peels extract in experimentally induced gastric ulcer in rats. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 5(06), 065-072.
- Moussa, Z., Khelifi, E., & Benali, M. (2015). Extraction and characterization of bioactive compounds from *Citrus aurantium* peel. *Journal of Food Science and Technology*, 52(7), 4436–4444
- Müller, S., et al. (2017). Characterization of cuticular waxes from the leaves of *Citrus sinensis* and *Citrus paradisi* (L.). *Molecules*, 22(12), 2110. <https://doi.org/10.3390/molecules22122110>
- Multari, S., Guzzon, R., Caruso, M., Licciardello, C., & Martens, S. (2021). Alcoholic fermentation of citrus flavedo and albedo with pure and mixed yeast strains: physicochemical characteristics and phytochemical profiles. *LWT*, 144, 111133. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111133>

Références bibliographiques

Musara, C., Aladejana, E. B., & Mudyiwa, S. M. (2020). Review of the nutritional composition, medicinal, phytochemical and pharmacological properties of *Citrus reticulata* Blanco (Rutaceae). *F1000Research*, 9, 1387. <https://doi.org/10.12688/f1000research.27208.1>

N

Nicole, T., & François, G. (2013). *Des fruits et des graines comestibles du monde entier*. Paris : Lavoisier.

Nogueira, G. F., Soares, C. T., Martin, L. G. P., Fakhouri, F. M., & de Oliveira, R. A. (2020). Influence of spray drying on bioactive compounds of blackberry pulp microencapsulated with arrowroot starch and gum arabic mixture. *Journal of Microencapsulation*, 37(1), 65–76. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100313>

Noubadji, Z., & Bedrane, A. (2023). *Development and characterization of active/intelligent pectin edible films based on local natural extract* [Mémoire de master, Université de Tissemsilt].

O

Office québécois de la langue française. (2023). *Emballage actif*. *Grand dictionnaire terminologique*. <https://vitrinelinguistique.oqlf.gouv.qc.ca/fiche-gdt/fiche/8369243/emballage-actif>

Ogo, O., Hembafan, N., Amokaha, R., Jeremiah, O., & Inaglewu, B. (2024). Characterization and antioxidant activity of peel extracts from three varieties of *Citrus sinensis*. *Heliyon*, 10, e28456.

Ontario.ca. (s.d.). Contrôle de la température et du refroidissement des fraises. Récupéré de https://en.wikipedia.org/wiki/Ontario,_California

Osman, A., et al. (2006). Isolation and 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.

P

Park, J. H., Lee, Y. B., Lee, S. J., & Kim, H. J. (2019). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Analysis of Polysaccharides from Citrus Peels. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(13), 47262. <https://doi.org/10.1002/app.47262>

Références bibliographiques

Pereira, A. G., et al. (2020). Edible coatings as carriers of bioactive compounds for food preservation. *Foods*, 9(12), 1704. <https://doi.org/10.3390/foods9121704>

Polese, J.-M. (2008). *La culture des agrumes*. Chamalières: Éditions Artémis.

Ponce, A. G., Roura, S. I., del Valle, C. E., & Moreira, M. R. (2008). Antimicrobial and antioxidant activities of edible coatings enriched with natural plant extracts: in vitro and in vivo studies. *Postharvest Biology and Technology*, 49(2), 294–300.

<https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2008.02.013>

Prieto, P., et al. (1999). Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: specific application to vitamin E determination. *Analytical Biochemistry*, 269(2), 337–341.

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.

Q

Quintavalla, S., & Vicini, L. (2002). Antimicrobial food packaging in meat industry. *Meat Science*, 62(3), 373–380.

R

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

Ramful, D., Bahorun, T., Bourdon, E., Tarnus, E., & Aruoma, O. I. (2010). Bioactive phenolic and antioxidant propensity of flavedo extracts of Mauritian citrus fruits: potential prophylactic ingredients for functional foods application. *Toxicology*, 278, 75–87.

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

Re, R., et al. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, 26(9-10), 1231-1237.

Restuccia, D., Puoci, F., Parisi, O. I., & Picci, N. (2015). Food applications of active and intelligent packaging: legal issues and safety concerns. *Food Packaging (revue)*.

Références bibliographiques

Restuccia, D., Spizzirri, U. G., Parisi, O. I., Cirillo, G., Curcio, M., Iemma, F., Puoci, F., Vinci, G., & Picci, N. (2010). New EU regulation aspects and global market of active and intelligent packaging for food industry applications. *Food Control*, 21(11), 1425–1435.

Ribeiro, S., et al. (2008). Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica* L.) varieties. *Food Chemistry*, 110(3), 620–626.

Richa, R., Kohli, D., Vishwakarma, D., Mishra, A., Kabdal, B., Kothakota, A., Richa, S., Sirohi, R., Kumar, R., & Naik, B. (2023). Citrus fruit: classification, value addition, nutritional and medicinal values, and relation with pandemic and hidden hunger. *Journal of Agriculture and Food Research*, 14, 100718. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2023.100718>

Robertson, G. L. (2009). *Food packaging and shelf life: a practical guide*. Boca Raton : CRC Press.

Royer, A., & Prilleux, B. (2012). Huiles et graisses comme agents d'enrobage dans l'industrie agroalimentaire. *OCL*, 19(2), 120–122. <https://doi.org/10.1684/ocl.2012.0437>

S

Santos, R. M., Fortes, G. A. C., Ferri, P. H., & Santos, S. C. (2011). Influence of foliar nutrients on phenol levels in leaves of *Eugenia uniflora*. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 21(4), 581–586.

Sax, L. (2010). Polyethylene terephthalate may yield endocrine disruptors. *Environmental Health Perspectives*, 118(4), 445–451.

Salgado, P. R., Di Giorgio, L., Musso, Y. S., & Mauri, A. N. (2019). Bioactive packaging: combining nanotechnologies with packaging for improved food functionality. In *Nanomaterials for food applications* (pp. 233-270). Elsevier.

Severin, I., Riquet, A.–M., & Chagnon, M. C. (2011). Évaluation et gestion des risques – matériaux d'emballage à contact alimentaire. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 46(2), 59–66.

Saragih, A. L. N., Syahban, H., Utami, R. P., & Puspita, W. D. (2022). Preparation and characterization of edible films from citrus peel pectin with different plasticizers. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1069(1), 012015. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1069/1/012015>

Références bibliographiques

Severin, T., et al. (2011). *Active packaging for food applications: A review. Food Science and Technology International*, 17(6), 501–515

Shohaib, T., Shafique, M., Dhanya, N., Madhu, C., & Divakar, D. (2011). Importance of flavonoids in therapeutics. *Hygeia Journal for Drugs and Medicines (J.D.M.)*, 3(1), 1–18.

Simon, S., & Schulte, M. (2017). *Development of biodegradable films for food packaging applications. Polymers*, 9(3), 123.

Singh, S., et al. (2021). Advances in Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy for food and agricultural applications. *Applied Sciences*, 11(23), 11488.

<https://doi.org/10.3390/app112311488>

Stuart, B. H. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons.

Synytsya, A., & Novak, M. (2014). Structural analysis of glucans. *Annals of translational medicine*, 2(2), 17.

Storey, D., Santucci, L., Fraser, R., Aleluia, J., & Chomchuen, L. (2015). Designing effective partnerships for waste-to-resource initiatives: Lessons learned from developing countries. *Waste Management & Research*, 33(12), 1066-1075.

T

Tanguy, C., & Argenti, G. (2007). Coopération et innovation dans le secteur des agrumes : les réseaux sociotechniques à l'œuvre à la frontière entre l'Uruguay et l'Argentine. *Géographie, Économie, Société*, 283–296.

time, and material thickness on the dehydration process of tomato. *International journal*

Tripoli, E., et al. (2007). Citrus flavonoids: Molecular structure, biological activity and nutritional properties: A review. *Food Chemistry*, 104(2), 466-479.

Tsao, R., & Li, J. (2013). *Bioactive components in citrus fruits and their health benefits. Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(4), 1045–1053.

Tsao, R., & Li, L. H. (2013). Analytical techniques for phytochemicals. [Chapitre d'ouvrage / revue].

Tariq, A., Bhawani, S. A., Alotaibi, K. M., & Moheman, A. (2021). Smart biopolymers and their applications. In *Smart Polymer Nanocomposites* (pp. 145-1.

U

UC Davis, Postharvest Research and Extension Center. (s.d.). Fraise - Postharvest Research and Extension Center. Récupéré de <https://postharvest.ucdavis.edu/fr/produce-facts-sheets/fraise>

V

Vanamala, J., et al. (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.

Verdu, J. (1990). *Traité des matières plastiques : vieillissement chimique*. Techniques de l'ingénieur, A3150.

Vianna, B. T., et al. (2020). Pectin-based edible films and coatings: A review. *Polymers*, 12(11), 2686. <https://doi.org/10.3390/polym12112686>

Van Soest, P. V., Robertson, J. B., & Lewis, B. A. (1991). Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. *Journal of dairy science*, 74(10), 3583-3597.

W

Wagner, J. (1989). The advent of smart packaging. *International Journal of Food Engineering*, Décembre, 11.

Wang, S. Y., Chen, C. T., & Wang, C. Y. (2008). Antioxidant activity of citrus fruit extracts. *Food Chemistry*, 107(3), 1111–1116.

Wang, Y. C., Chuang, Y. C., & Hsu, H. W. (2008). The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. *Food Chemistry*, 106(1), 277–284.

Wu, C. S., & Liao, H. T. (2014). The mechanical properties, biocompatibility and biodegradability of chestnut shell fibre and polyhydroxyalkanoate composites. *Polymer Degradation and Stability*, 99, 274–282.

Y

Yacoubi, R., et al. (2020). Characterization of orange peel pectin and its use as a natural antioxidant. *Foods*, 9(12), 1779. <https://doi.org/10.3390/foods9121779>

Références bibliographiques

Yam, K. L., Takhistov, P. T., & Miltz, J. (2005). Intelligent packaging: concepts and applications. *Journal of Food Science*, 70, R1–R10.

Yang, G., et al. (2014). Blueberry leaf extracts incorporated chitosan coatings for preserving postharvest quality of fresh blueberries. *Postharvest Biology and Technology*, 92, 46–53.
<https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2014.01.018>

Younis, K., et al. (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.

Z

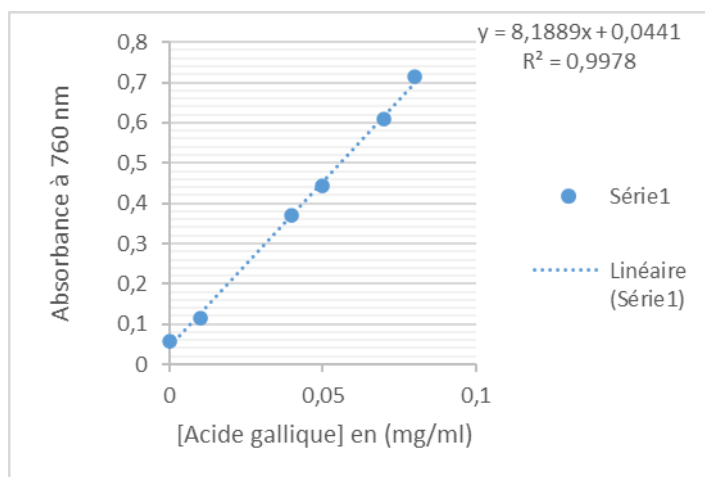
Zaki, O. (2008). *Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transfert de masse sur le comportement mécanique de flocons en polypropylène* [Mémoire, Université de Paris-Est].

Zhang, H., et al. (2021). Physicochemical and functional properties of pectin extracted from different citrus peels. *Foods*, 10(12), 3042. <https://doi.org/10.3390/foods10123042>

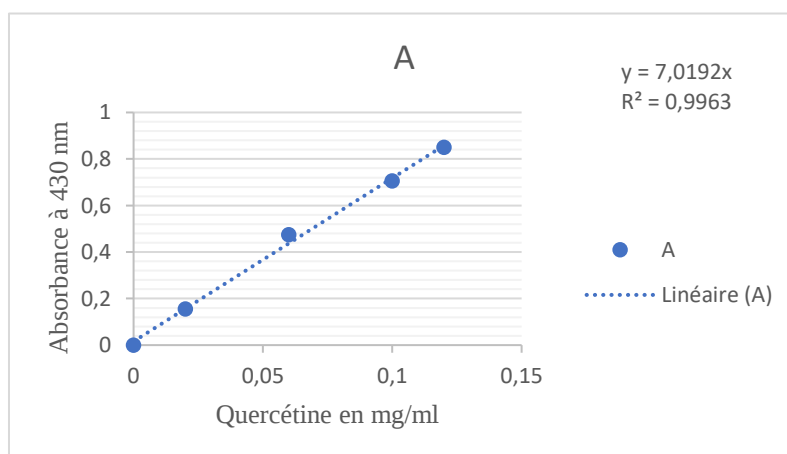
Annexes



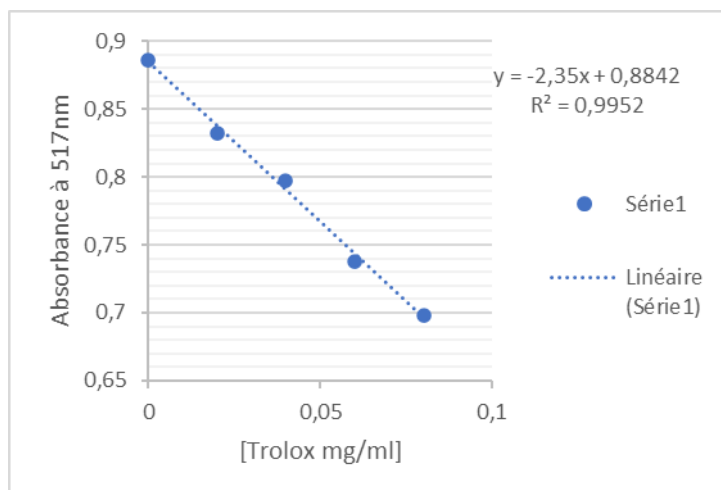
Annexes I : Photo de la bigarade utilisée.



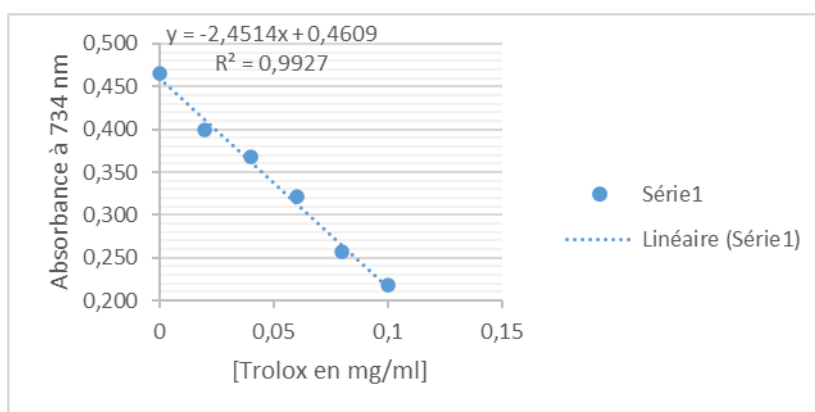
Annexes II: Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols.



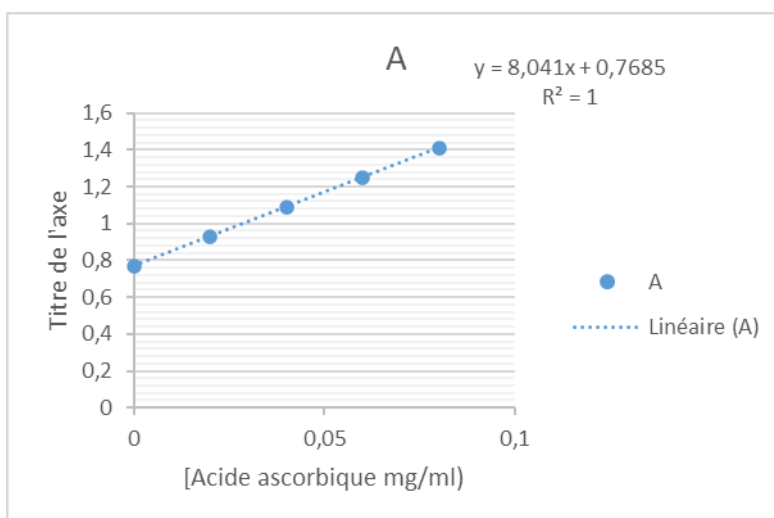
Annexes III: Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.



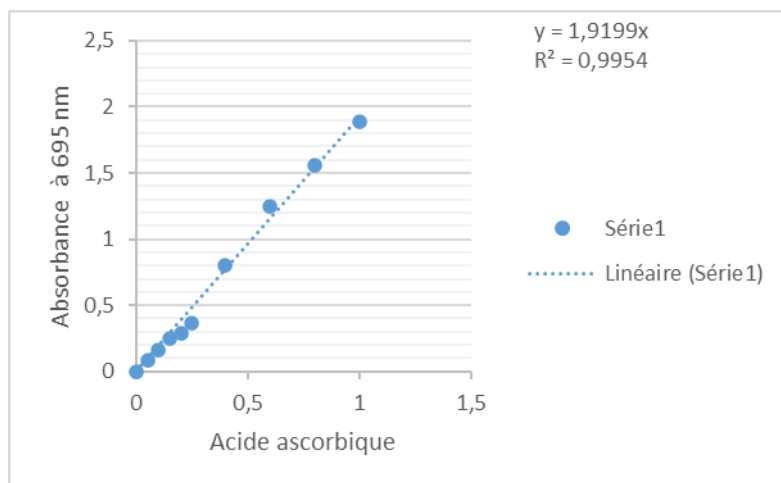
Annexes IV: Courbe d'étalonnage pour le test DPPH.



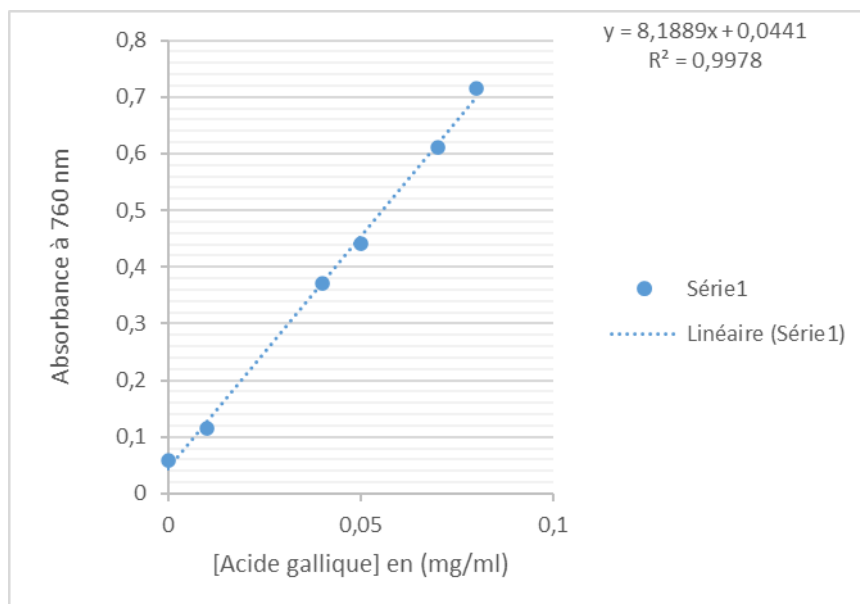
Annexes V: Courbe d'étalonnage pour le test ABTS.



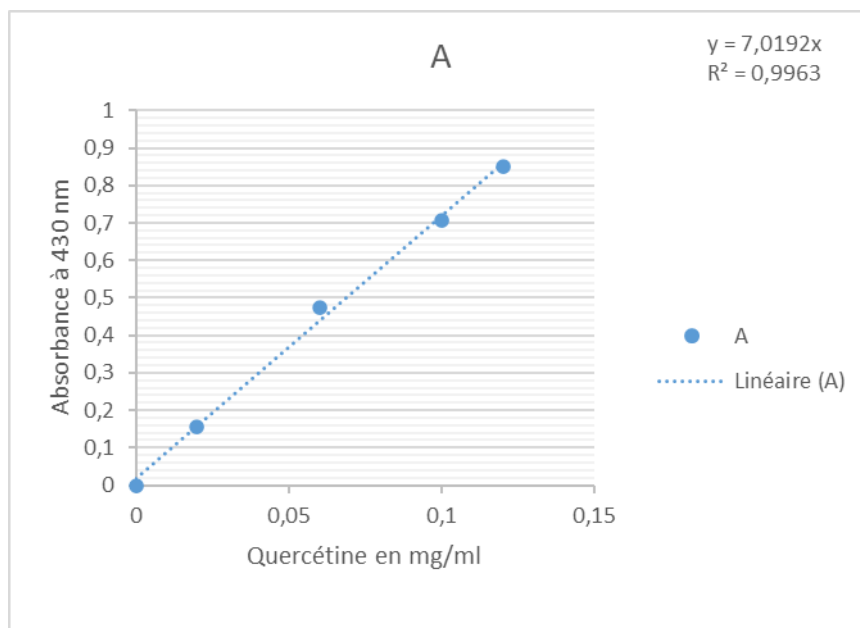
Annexes VI: Courbe d'étalonnage pour le dosage du test pouvoir réducteur.



Annexes VII: Courbe d'étalonnage pour le test phosphomolybdate.



Annexes VIII : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols de solution du film.



Annexes IX: Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes de solution du film.

Résumé

Ce mémoire porte sur la conception d'un emballage bioactif à partir des écorces d'orange amère (*Citrus aurantium*), un sous-produit riche en composés antioxydants et antimicrobiens. L'objectif est de valoriser ces déchets agroalimentaires dans une démarche d'économie circulaire et de développement durable. Les écorces ont été séchées, réduites en poudre, puis analysées. Elles présentent une teneur en polyphénols totaux de **9,46 ± 0,59 mg GAE/g MS** et en flavonoïdes de **3,88 ± 0,13 mg QE/g MS**. Leur activité antioxydante a été confirmée par les tests DPPH (**73,02 %**) et ABTS (**87,08 %**). Ces extraits ont été incorporés dans des films à base de pectine et de gélatine. Les films enrichis ont montré une capacité antioxydante significative, avec un pouvoir réducteur de **73,65 mg EAA/100g** et une amélioration visible de la conservation des fraises : absence de moisissures, couleur et odeur préservées. Ces résultats confirment le potentiel des écorces d'agrumes dans la formulation d'emballages actifs et comestibles, prolongeant la durée de vie des aliments tout en réduisant les déchets agricoles.

Mots clés : emballage bioactif, *Citrus aurantium*, antioxydants, polyphénols, pectine.

Abstract

This thesis focuses on the development of a bioactive packaging material made from bitter orange (*Citrus aurantium*) peels, a by-product rich in antioxidant and antimicrobial compounds. The goal is to valorize this agro-industrial waste within a circular economy and sustainable innovation framework. The dried peel powder showed a total polyphenol content of **9.46 ± 0.59 mg GAE/g DW** and flavonoid content of **3.88 ± 0.13 mg QE/g DW**. Antioxidant capacity was demonstrated through DPPH (**73.02%**) and ABTS (**87.08%**) assays. These bioactive compounds were incorporated into pectin-gelatin films. The enriched films exhibited strong antioxidant activity, with a reducing power of **73.65 mg EAA/100g**, and improved the postharvest quality of strawberries by maintaining firmness, preventing mold growth, and preserving natural color and aroma. These findings support the promising use of citrus peel extracts in the formulation of edible and functional food packaging, enhancing food preservation while reducing agricultural waste.

Keywords: bioactive packaging, *Citrus aurantium*, antioxidants, polyphenols, pectin.