

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



Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

Benikhlef Nadjet & Chibani Kheira

Thème

**Valorisation des sous-produits d'agrumes
dans une préparation culinaire**

Soutenue le : 02 /07/2023

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Kachbi Abdelmalek	MCA	Université de Bejaia	Président
Sellami Ferhat	MCB	Université de Bejaia	Examineur
Senhadji Ounissa	Professeur	Université de Bejaia	Encadrant
SAHI Sabrina	Doctorante	Université de Bejaia	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2022/2023

Remerciements

*Avant toute chose, Nous commençons par remercier le bon **DIEU** tout puissant de nous avoir donné la force, la volonté et la patience afin de réaliser ce modeste travail.*

*Nos vifs remerciements s'adressent tout d'abord à notre promotrice, Professeur et Directrice de recherche à l'université de Bejaia, **Mme Ounissa Senhadji** pour la confiance qu'elle nous a accordée en acceptant de diriger ce travail et pour tous les conseils et orientation qu'elle nous a prodigués durant l'évolution de notre projet.*

*On exprime nos reconnaissances à notre co-promotrice **Melle Sabrina Sahi**, pour l'aide précieuse qu'elle nous a accordée mais surtout pour ses conseils, sa patience et son enthousiasme.*

*Nos vifs remerciements s'adressent à président de jury **Mr KACHBI**, qui nous a fait l'honneur de présider le jury de notre soutenance et le membre de jury **Mr SELLAMI**, qui nous ont fait l'honneur d'examiner notre travail.*

*Nous remercions également l'ensemble du personnel technique du bloc11 et plus particulièrement **Mme MOKHTARI**, pour leur aide et leur disponibilité dans la réalisation de la partie pratique.*

Dédicace

*Ames chers parents m'ont éclairé le chemin de
la vie par leur grand soutien et leurs
encouragements, par leur énorme sacrifice,
qu'ils m'ont consentis durant mes études et qui
ont toujours aimé me voire réussir.*

Merci d'être là pour moi

*A ma grande sœur fifi est son marie ainsi que
djamil, ramy et alaa*

A ma sœur faiza et son marie

A mes frère hamdi, said

A mon fiancés Lotfi et sa famille

A mes copines : Kenza, ryma, Meriem, Siham

A ma binôme Sabah et sa famille

Nadjet

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes chers parents pour leur amour inconditionnel, leurs encouragements et leurs sacrifices ainsi que leur soutien constant, ont été mes sources d'inspiration tout au long de ce parcours académique.

A mes frères Akram et Abd errahman et mes sœurs Houda, Ikram, Amani et la petite Zineb et mon petit neveu Yanis, vous êtes la forcemotrice de ma vie.

A mes chères amis Kouceila, Khaoula, Asma, Mounira, Nora, Hadjer, Chaima, Safia, Ghouzlane, Meriem, merci d'être là pour moi.

A toute ma famille et mes amis et ma chère binôme Nadjat qui partagée travail avec moi.

Kheira

Liste des abréviations

CE : Citron El-kseur.

CB : Citron Boufarik.

CA: Citron d'Amizour.

PT: Polyphénols totaux.

FT: Flavonoïdes totaux.

DPPH: Di Phényl Picryl Hydrazyl.

E/H: Eau dans l'Huile.

H/E: Huile dans l'Eau.

E/H/E: Eau dans l'Huile dans l'Eau.

H/E/H: Huile dans l'Eau dans l'Huile.

EAG: Equivalent D'acide Gallique.

EQ: Equivalent Quercétine.

FC: Folin-Ciocalteu.

MS: Matière Sèche.

pH: potential Hydrogène.

FAO: Food and Agriculture Organization of the United Nations (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture).

UV: Ultra Violet.

O/W: Oil in Water.

W/O: Water in Oil.

TA: Tensioactif.

C: Concentration.

V: Volume.

ABS: Absorbance.

I (%): Pourcentage d'Inhibition.

V_H: Volume de la phase huileuse.

V_A : Volume de la phase aqueuse.

m : masse d'émulsifiant (la poudre de citron).

t : temps d'agitation.

v : vitesse d'agitation.

Liste des figures

Figures	Titres	Page
Chapitre I : Généralités sur le citron		
Figure I.1	Citrus limon	3
Figure I.2	Coupe transversale de fruit d'un citrus.	4
Figure I.3	Evaluation du rendement de citron dans le monde.	7
Figure I.4	Evaluation du rendement de citron en Algérie.	8
Figure I.5	Structure de base de polyphénols.	10
Figure I.6	Structure de base des flavonoïdes.	10
Figure I.7	Structure de la pectine.	12
Chapitre II : Généralités sur les émulsions		
Figure II.1	Représentation schématique d'une émulsion.	14
Figure II.2	Les deux types d'émulsions simples.	16
Figure II.3	Les deux types d'émulsions multiples.	17
Figure II.4	Structure schématique d'un tensioactif.	19
Figure II.5	Classification des tensioactifs en fonction de la nature de leur tête polaire.	20
Figure II.6	Différents mécanismes de déstabilisation des émulsions.	22
Chapitre III : Matériels et méthodes		
Figure III.1	a) Les écorces séchées b) La poudre des écorces.	27
Figure III.2	Structure et couleur de la forme réduite DPPH et celle de la forme radical DPPH*.	32
Figure III.3	Protocole de la détermination de l'activité antioxydant par le radical DPPH.	32
Figure III.4	Principe de fonctionnement d'un rotor stator.	33
Figure III.5	Granulométrie.	36
Chapitre IV : Résultats et discussions		
Figure IV.1	Courbe d'étalonnage d'acide gallique.	37
Figure IV.2	Courbe d'étalonnage de la quercétine.	38
Figure IV.3	Teneur en polyphénols totaux (g EAG /100g MS).	38
Figure IV.4	Teneur en flavonoïdes totaux (mg EQ/100g MS).	39
Figure IV.5	Activité anti radicalaire avec le DPPH.	41
Figure IV.6	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal VH= 8ml. Phase interne: solution aqueuse d'acide acétique VA= 4ml ; vitesse d'agitation v=3400 tr/min ; émulsifiant m= 0.1g de poudre de citron.	43
Figure IV.7	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : VH= 8ml. Phase interne : VA= 4ml ; v=4400tr/min ; émulsifiant m= 0.1g.	43
Figure IV. 8	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : VH= 8ml. Phase interne : VA= 4ml ;	44

	v=5000tr/min ; émulsifiant m= 0.1g.	
Figure IV.9	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : VH= 8ml. Phase interne : VA= 4ml ; v= 6800 tr/min, émulsifiant : m= 0.1g.	44
Figure IV.10	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : VH= 8ml. Phase interne : VA= 4ml ; v= 10000 tr/min, émulsifiant : m= 0.1g.	45
Figure IV.11	Evolution de la phase aqueuse séparée en fonction de temps du repos pour des masses croissantes de poudre de citron. Phase externe : VH= 8ml. Phase interne : VA= 4ml ; v= 10000 tr/min ; t= 10 min.	46
Figure IV.12	Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos, v= 10000 tr/min, émulsifiant : m= 0.1g ; le rapport volumique est variable.	47
Figure IV.13	Distribution des tailles des gouttelettes de l'émulsion à base de la poudre de citron (CB).	49
Figure IV.14	Distribution des tailles des gouttelettes de l'émulsion à base de la poudre de citron (CE).	49

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Chapitre I : Généralités sur le citron		
Tableau I.1	Les caractéristiques de citron.	4
Tableau I.2	La classification de citron.	4
Tableau I.3	Variétés de citronniers à cultiver en pleine terre ou en sol selon la région.	5
Tableau I.4	Composition moyenne du citron (pour 100g).	6
Tableau I.5	Composition en métabolites primaires du citron (pour 100g).	6
Tableau I.6	Les différentes classes des flavonoïdes.	11
Chapitre II : Généralités sur les émulsions		
Tableau II.1	Exemples d'ingrédients de la phase huileuse.	15
Tableau II.2	Les deux types d'émulsions simples.	16
Chapitre III : Matériels et méthodes		
Tableau III.1	Réactifs utilisés.	25
Tableau III.2	Composition en acides gras.	26
Chapitre IV : Résultats et discussions		
Tableau IV.1	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (vitesse d'agitation = 3400 tr/min).	43
Tableau IV.2	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (vitesse d'agitation = 4400 tr/min).	45
Tableau IV.3	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (vitesse d'agitation = 5000 tr/min).	47
Tableau IV.4	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (vitesse d'agitation = 6800 tr/min).	49
Tableau IV.5	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (vitesse d'agitation = 10000 tr/min).	51
Tableau IV.6	Distribution de tailles des gouttelettes pour les émulsions stables (t=5min, v=6800 tr/min) et (t=10min, v=1000tr/min).	52
Tableau IV.7	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (Le temps et la vitesse d'agitation : 10 min, 10000 tr/min).	53
Tableau IV.8	Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos (Vitesse d'agitation = 10000 tr/min).	55
Tableau IV.9	Les volumes de la phase aqueuse et huileuse séparées en (%) après 24h du temps de repos. Phase interne : VA= (4ml). Phase externe : VH= (8ml) ; v= 1000tr/min ; t = 10min ; m= 0.1g.	56
Tableau IV.10	Distribution de tailles des gouttelettes pour les deux émulsions stables.	57

Sommaire

Remerciement

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

Introduction Générale

Chapitre I : Généralité sur le citron	3
I.1. Historique :	3
I.2. Définition du citron :	3
I.3. Classification botanique :	4
I.4. Types et variétés de citron :	5
I.5. Composition biochimique de citron :	5
I.6. Composition chimique d'écorce de citron :	6
I.7. La production du citron :	7
I.7.1. Les pays producteurs :	7
I.7.2. La production mondiale :	7
I.7.3. La production nationale :	7
I.8. Les bienfaits du citron :	8
I.9. Les bienfaits de l'écorce de citron :	9
I.10. Intérêt de valorisation des écorces de citron :	9
I.11. Les composés phénoliques :	10
I.11.1. Les polyphénols :	10
I.11.2. Les flavonoïdes :	10
I.12. Les propriétés antioxydantes des polyphénols :	11
I.13. La pectine :	12
I.14. Utilisation d'écorce de citron dans le domaine agroalimentaire :	13
II.1. Définition des émulsions:	14
II.2. Composition et type d'émulsion :	14
II.2.1. Composition :	14
II.2.2. Types d'émulsions :	15
II.3. Domaines d'application :	17
II.4. Mécanismes de stabilisation :	18
II.4.1. Tensioactifs :	18
II.4.2. Particules solides :	20
II.4.3. Polymères :	21
II.5. Mécanismes de déstabilisation :	21
II.5.1. Sédimentation et crémage :	21
II.5.2. Flocculation :	21
II.5.3. Coalescence :	22

II.5.4. Murissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire :	22
II.6. Concepts de formulation:	23
II.6.1. Variables de composition et variables de formulation physico-chimiques :	23
II.6.2. Règle de Bancroft :	23
II.6.3. Inversion de phase :	23
II.7. Procédés de fabrication des émulsions :	24
III.1. Présentation du matériel et réactifs :	25
III.1.1. Matériel et appareillages :	25
III.2. Réactifs chimiques :	25
III.3. Préparation des émulsions	26
III.3.1. La phase aqueuse :	26
III.3.2. La phase huileuse :	26
III.3.3. Agent émulsifiant	27
III.4. Mode opératoire et méthodes d'analyse :	27
III.4.1. Préparations des solutions :	27
III.4.2. Extraction par infusion :	28
III.4.3. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes :	28
III.4.3.1. Dosage des polyphénols :	28
III.4.3.2. Dosage des flavonoïdes :	30
III.4.3.3. Evaluation de l'activité antioxydant par piégeage de radical libre DPPH :	31
III.5. Technique d'analyse : Spectrophotométrie UV-Visible :	33
III.6. Rotor stator (Ultra turrax):	33
III.7. Etude d'effet de différents paramètres de procédé sur la stabilité d'une émulsion :	34
III.8. Analyse de la microstructure :	34
Chapitre IV : Résultats et discussion	36
IV.1. Evaluation de la teneur en antioxydants des écorces de citron:	36
IV.1.1. Dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes totaux :	36
IV.1.1.1. Dosage des polyphénols totaux :	36
IV.1.1.2. Dosage des flavonoïdes totaux :	36
IV.2. Préparation des émulsions :	41
IV.2.1. Etude de l'effet de quelques paramètres de procédé sur la stabilité des émulsions :	41
IV.2.1.1. Effet du temps et de la vitesse d'agitation :	41
IV.2.1.2. L'effet de la quantité de stabilisant :	52
IV.2.1.3. Etude l'effet de rapport volumique :	53
IV.2.2. Détermination du meilleur émulsifiant :	55
Conclusion Générale	57
Les références	58
Abstract	65

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Introduction Générale

Avec l'utilisation croissante des produits chimiques dans les industries alimentaires, les consommateurs expriment de plus en plus le souhait de se tourner vers des produits naturels. Dans ce contexte, les industries de transformation alimentaire des agrumes génèrent plusieurs déchets chaque année. Ces produits comprennent : les écorces, les pulpes et les pépins qui renferment une panoplie de composés bioactifs tels que : les composés phénoliques, flavonoïdes, les fibres alimentaires, les caroténoïdes, les minéraux, les pectines **(Mariel et Lopez, 2020)**.

Notre projet de fin d'étude s'inscrit dans cette optique de la valorisation des sous-produits d'un fruit qui est le citron (écorce de citron). Les écorces d'agrumes sont mous pour les grands bénéfiques pour les métabolismes, ils préviennent plusieurs maladies tels que le cancer et les maladies cardiovasculaire en raison de leurs fortes activités biologiques, à savoir l'activité antioxydants, anti inflammatoire et antimicrobienne **(Al-jabri et Hossain, 2018)**.

De ce fait, ces sous-produits qui sont généralement marginalisés et considérés comme des déchets, peuvent être incorporés dans des formulations alimentaire où ils peuvent jouer le rôle d'agents antioxydants (polyphénols) et émulsifiants (pectine) **(Sarati et al 2018)**. La pectine qu'ils contiennent peut être employée pour le contrôle de la texture pouvant aller d'un simple épaississant jusqu'à gélifiant et stabilisant dans plusieurs produits alimentaires tels que les émulsions **(Sulieman et al 2013)**.

Les émulsions contenant des produits naturels font l'objet de nombreuses recherches **(Gouda et al, 2017)**. Ce sont des systèmes composés d'un liquide dispersé dans un autre liquide non miscible, ces émulsions sont partout, dans le cas de l'agroalimentaire on cite le lait, la mayonnaise ou encore de la vinaigrette. Les émulsions ont d'autres applications dans de nombreux domaines tels que la médecine, la pharmaceutique (crèmes et pommades), la cosmétique (les shampoings et lotions).

Les émulsions sont thermodynamiquement instables en raison de divers changements qui se produisent dans les propriétés de l'émulsion au fil du temps tels que la coalescence, la floculation, le crémage et le murissement d'Ostwald **(Abedelbassi, 2017)**. Il est donc nécessaire d'ajouter des émulsifiants pour maintenir la stabilité de l'émulsion au cours du temps.

L'objectif de ce travail est l'étude de la formulation d'une émulsion alimentaire du type (E/H) pour assaisonnement qui est la vinaigrette et d'optimiser sa stabilité par ajout de la

Introduction générale

poudre d'écorce de citron qui va jouer le rôle d'émulsifiant et épaississant et qui assure une bonne compatibilité entre la phase aqueuse et huileuse.

E plus de cette introduction, le présent manuscrit est structuré comme suit :

- Les deux premiers chapitres sont consacrés à la synthèse bibliographique qui regroupe des généralités sur le citron et des généralités sur les émulsions.
- Le troisième chapitre est consacré à la description de la mise en œuvre expérimentale.
- Le dernier chapitre englobe les résultats obtenus ainsi que leurs discussions, étude de l'effet de quelque paramètre sur la stabilité d'une émulsion alimentaire formulée.
- Une conclusion générale qui relate les résultats les plus significatifs de cette étude.

Chapitre I

Chapitre I : Généralité sur le citron

I.1. Historique :

Le citron du mot «limon», terme emprunté à l'italien limone, qui venait lui-même de l'arabo-persan limûn. Le mot est apparu dans la langue française en 1351, d'où vient le mot «Limonade». Le terme «citron», né en 1398, est dérivé du latin citrus. Il a graduellement remplacé «limon» dans la langue populaire (AL-Jabri et Hossain, 2018). C'est dans les écrits chinois que le mot citron a fait sa première apparition (AL-Jabri et Hossain, 2014).

Une première mention date de 1175, le citron a probablement été introduit en chine entre le X^{ème} siècle et le milieu du XII^{ème} siècle à l'est de la région himalayenne, au sud de la chine, plus précisément de la Haute Birmanie. Le citron est cultivé par les Grecs, les Romains et les Egyptiens (Hellal, 2011).



Figure I.1 : Citrus limon

Ce sont les Arabes qui diffuseront le citron. L'introduisant en Afrique du Nord, en Afrique et en Espagne, de même que dans tout le bassin Méditerranéen. Lors des croisades au proche Orient, les Européens de l'ouest, de l'est et du nord découvriront les agrumes qu'ils rapporteront dans leurs pays respectifs. De là naîtront les premières serres, dites orangeries. Les premiers agrumes : citrons, limes, oranges sont introduits dans le nouveau monde par Christophe Colomb en 1493(Hellal, 2011).

I.2. Définition du citron :

Le citron est le fruit du citronnier (citrus limon), c'est un agrume appartenant à la famille des Rutaceae, le fruit est de forme ovale (8 à 12 cm de long sur 5 à 6 cm de diamètre) (Patsalou et al, 2017), avec un mamelon plus au moins apparent à son extrémité, est caractérisé par une

Chapitre I

croissance rapide, il produit de nombreuse branche et fructifie abandonnent, et la fructification de l'hiver est plus importante (de 60 à 70% de la production annuelle de l'arbre) (**Himed, 2018**).

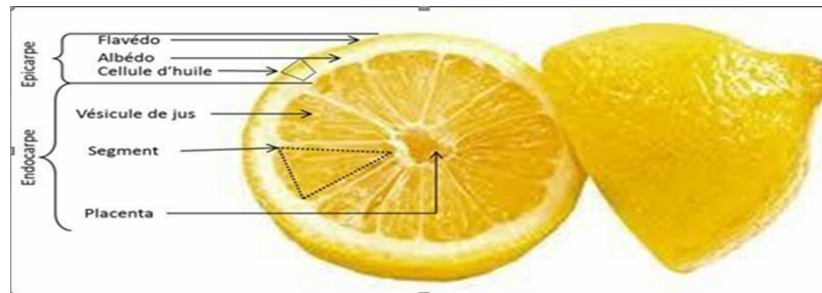


Figure I.2 : Coupe transversale de fruit d'un citron.

Les caractéristiques de citron sont résumées dans le **tableau I.1** ci-dessous :

Tableau I.1 : Les caractéristiques de citron.

Partie de fruit		Caractéristique
Écorce	Épicarpe	Jaune très odorantes, remplis de l'huile essentielle réparties de façon très irrégulière (Ladaniya, 2008).
	Mésocarpe	Colore blanchâtre d'épaisseur variable (Ladaniya, 2008).
Pulpe		Juteuse et très acide représente 50 à 80% du fruit (Ladaniya, 2008).
Pépins		Quelques pépins

I.3. Classification botanique :

Selon (**Hallal, 2011**) la classification de citron est illustrée dans le tableau suivant :






Tableau I.2 : La classification de citron.

Règne	Plante
Espèce	Citrus limon
Famille	Rutaceae
Ordre	Sapindales
Classe	Equisetopsida Eudicotylédones
Genre	Citrus
Embranchement	Spermaphytes

Chapitre I

I.4. Types et variétés de citron :

Tableau I.3 : Variétés de citronniers à cultiver en pleine terre ou en sol selon la région (Cano et al, 2008)

Variétés	Saison	Caractère de fruit	Rendement	Images
(Citrus lemon) Citronnier 4 saisons	8mois/12mois Janvier à décembre	Jaunes juteux avec quelques pépins	Excellent	
Citron Meyer	8 mois /12mois Janvier à décembre	Jaunes à la peau lisse jaunes-orangés, juteux avec quelques pépins	Excellent	
Citron caviar	8 mois/ 12 mois octobre à février	Verts offrant une chair de petites parcelles qui éclatent en bouche, au goût vif et citronné avec de légères notes de pamplemousse	Bon	
Citronnier vert	8mois / 12 mois janvier à décembre	Citrons verts donnant un jus abondant, sans pépins, à la peau très fine	Moyen	
Eureka	4 saisons	Forme ovoïde, un zest difficile à prélevé, juteuse très acide	Bon	

I.5. Composition biochimique de citron :

Comme tous les agrumes, le citron est un fruit très juteux renfermant 90% d'eau, fortement acide (pH inférieur à 3). Le fruit à une haute teneur en vitamine C (40 à 50mg/100g), les minéraux, les fibres alimentaires, les huiles essentielles et les caroténoïdes et avec des quantités considérables de flavonoïdes. la teneur de ce fruit en glucides est faible mais les fibres (cellulose, hémicelluloses et pectines) représentent 2.1% du poids total. La teneur en protéines

Chapitre I

ne dépasse pas 1g/100g. Diverses substances minérales ont été identifiées dans le citron à une concentration de 0.5g/100g dont le potassium est le minérale plus abondant (**Gonzalez Molina et al, 2010**).

Tableau I.4 : composition moyenne du citron (pour 100g) (**Gonzalez-Molina et al, 2010**).

Minéraux	(mg)	Vitamines	(mg)
Phosphore	18.00	Vitamine C (acide ascorbique)	52.00
Calcium	25.00	Vitamine A (B carotène)	0.011
Magnésium	16.00	Vitamine B1 (thiamine)	0.050
Soufre	12.00	Vitamine B2 (riboflavine)	0.020
Sodium	04.00	VitamineB3 (nicotinamide)	0.200
Fer	0.5	Vitamine B5 (acide pantothénique)	0.230
Cuivre	0.09	Vitamine B6 (pyridoxine)	0.070
Zinc	0.100	Vitamine B8 (biotine)	0.005
Manganèse	0.03	Vitamine B9 (acide folique)	0.009

Tableau I.5 : Composition en métabolites primaires du citron (pour 100g) (**Gonzalez-Molina et al, 2010**).

Composants	(g)
Eau	88.5
Protéines	0.90
Lipides	0.40
Glucides	2.50

I.6. Composition chimique d'écorce de citron :

Les écorce de citron présentent une composition diversifiée, elles contiennent des glucides, des protides, des fibres, des sels minéraux, et une quantité significative d'huiles essentielles, elles riches aussi en composés phénolique et elles contiennent une grande quantité des flavonoïdes (**Szczykutowicz et al, 2020**).

Chapitre I

Les écorces de citron contiennent plusieurs acides organiques, notamment l'acide citrique, l'acide malique, l'acide ascorbique (vitamine C) et l'acide folique (Sania et al, 2020).

I.7. La production du citron :

I.7.1. Les pays producteurs :

La culture des agrumes est répandue dans de nombreux pays à travers le monde, cependant, environ 20% d'entre eux sont responsables de plus de 90% de la production et du commerce mondiaux de ces fruits (Landaniya, 2008), le citron et le lime représentent 13% de la production mondiale d'agrumes (Planetoscope, 2012).

Les dix principaux producteurs du citron au monde de la période 2014/2018 sont (Inde, Mexique, Chine, Argentine, Brésil, Espagne, Turquie, États-Unis, Iran et Italie) (FAO, 2020).

I.7.2. La production mondiale :

Chaque seconde, ce sont plus de 450 kilos de citron et lime qui sont produits dans le monde, cela représente une récolte mondiale annuelle de 14.3 milliards de kilos de citron et lime, soit 14.3 millions de tonnes, dont 3.1 millions de tonnes par l'Inde (Planetoscope, 2012).

La **figure I.3**, représente la production mondiale de citron au cours de la période 2014/2018

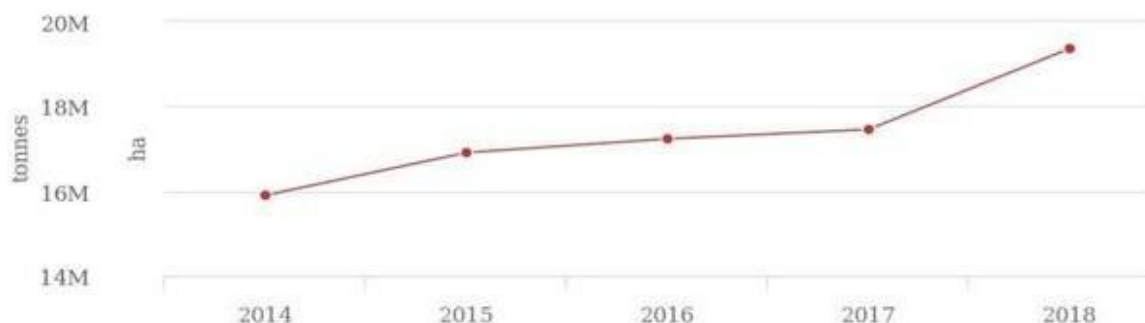


Figure I.3 : Evaluation de la production de citron dans le monde (FAO, 2020).

I.7.3. La production nationale :

Les agrumes parmi les fruits les plus populaires cultivés en Algérie, le citron représente 2% de la production algérienne d'agrumes, avec une superficie totale de plus de 27 000 hectares. Les principales régions productrices de citrons en Algérie sont les wilayas de Tizi Ouzou, Bouira, Bejaia et Blida. Selon les statistiques du ministère de l'Agriculture et du Développement

Chapitre I

rural pour 2019, la production de citrons en Algérie s'élevait à environ 500 000 tonnes (FAO, 2021).

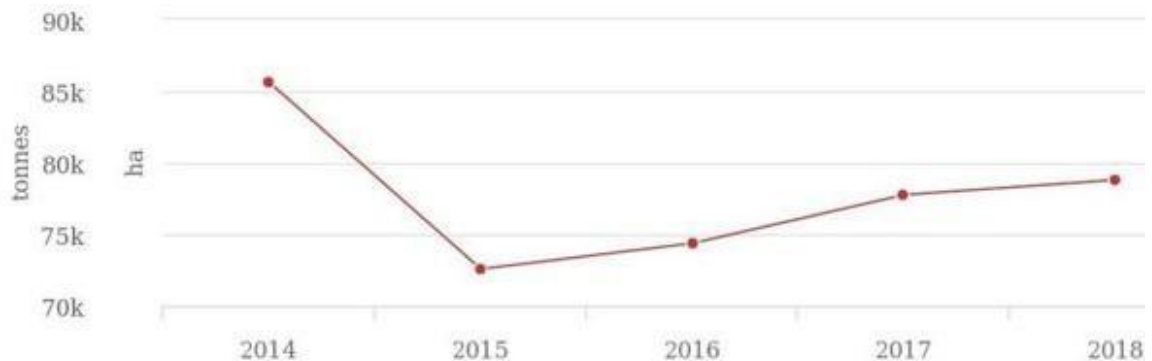


Figure I.4 : Evaluation de la production de citron en Algérie (FAO, 2020).

I.8. Les bienfaits du citron :

Les bienfaits de citron peuvent être résumés comme suit :

- Le citron est riche en vitamine C, ce qui renforce le système immunitaire et aide à prévenir les rhumes et infections (Sania et al, 2020).
- Le citron contient des antioxydants, tels que les flavonoïdes, qui aident à protéger les cellules contre les dommages causés par les radicaux libres et à réduire le stress oxydatif dans le corps (Didi et Yakoubi, 2021).
- Le citron a des propriétés antibactériennes qui peuvent aider à combattre les infections bactériennes et à favoriser la santé digestive (Didi et Yakoubi, 2021).
- Le jus de citron peut stimuler la production de bile dans le foie, ce qui favorise une digestion saine. Il peut également aider à soulager les problèmes digestifs tels que les ballonnements et les brûlures d'estomac (Sania et al, 2020).
- Le citron est parfois utilisé dans les produits de soin de la peau en raison de ses propriétés tonifiantes et éclaircissantes. Il peut aider à réduire les taches sombres et l'excès de sébum sur la peau (Szczykutowicz et al, 2020).
- Le citron est souvent utilisé dans les régimes de détoxification pour aider à éliminer les toxines du corps et à favoriser la santé du foie. (Sania et al, 2020).
- Certains composés présents dans, tels que les flavonoïdes, sont associés à des bienfaits pour la santé cardiaque, tels que la réduction du risque de maladies cardiovasculaires (Szczykutowicz et al, 2020).

Chapitre I

- La forte teneur en acide citrique du citron peut aider à réduire la mauvaise haleine et à rafraîchir l'haleine (**Sania et al, 2020**).

I.9. Les bienfaits d'écorces de citron :

- Les écorces de citron sont riches en composés phénoliques, essentiellement des flavonoïdes, qui sont caractérisés par leur activité antioxydante, thérapeutique, antivirale, antifongique et antibactérienne, aussi qui aident à protéger les cellules de corps contre les dommages causés par les radicaux libres (**Makboul, 2023**).
- L'écorce de citron pourrait diminuer ou prévenir l'augmentation des dommages liés au stress oxydatif (**Sania et al, 2020**).
- Le citron est riche en fibres solubles, principalement en pectine, qui l'on retrouve dans l'écorce et dans la membrane blanche autour de la chair (albédo). Par leur aptitude à diminuer le cholestérol sanguin, les fibres solubles contribuent à réduire l'incidence des maladies cardiovasculaires (**Makboul, 2023**).
- La pectine a une capacité à inhiber la croissance de certaines tumeurs cancéreuses (**Didi et Yakoubi, 2021**).

I.10. Intérêt de valorisation des écorces de citron :

La valorisation des écorces de citron présente plusieurs intérêts :

- Arome et saveur : les écorces de citron contiennent des huiles essentielles qui leur confèrent un arôme et une saveur distincts. Elles peuvent être utilisées pour ajouter de la saveur aux plats, aux boissons, desserts. On peut utiliser aussi comme un émulsifiant dans les formulations alimentaires (vinaigrette, mayonnaise ...) (**Didi et Yakoubi, 2021**).
- Les écorces de citron sont utilisées depuis longtemps dans la médecine traditionnelle pour leurs propriétés médicinales, elles sont réputées pour leur capacité à soulager les problèmes digestifs, à simuler le système immunitaire et à agir comme antiseptique. Certaines études ont également suggéré que les écorces de citron pourraient avoir des effets bénéfiques sur la santé cardiovasculaire et la prévention de certains cancers (**Szczykutowicz et al, 2020**).
- Les écorces de citron sont riches en vitamines et en antioxydants. Elles contiennent notamment de la vitamine C, de la vitamine A, de la vitamine E, et des composés phytochimiques bénéfiques pour la santé (**Didi et Yakoubi, 2021**).

Chapitre I

- Les écorces de citron peuvent être dans la fabrication de produits cosmétique tels que les savons, les lotions et les parfums (Szczykutowicz et al, 2020).

I.11. Les composés phénolique :

I.11.1. Les polyphénols :

Les composés phénoliques ou les polyphénols sont des métabolites secondaires synthétisés par les végétaux, non essentiels à la survie de la plante. Au niveau végétal, les composés phénoliques sont un moyen de défense contre le rayonnement UV, les agressions par les pathogènes et ils contribuent à la pigmentation des plantes. Les composés phénoliques sont caractérisés par la présence d'un noyau benzénique avec un ou plusieurs groupements hydroxyles. Leur classification est basée sur la distinction entre composé non flavonoïdes (acides phénols et stilbènes) et flavonoïdes (anthocyanes, flavanols et flavonols) Parmi Les polyphénols présents dans les écorces de citron : l'acide caféique, chlorogénique, gallique et férulique (Manach et al, 2004 ; Ignat al, 2011).

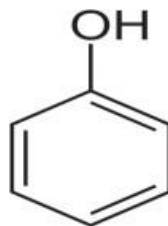


Figure I.5 : Structure de base de polyphénols (Cristina, 2012).

I.11.2. Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes du latin flavus sont un groupe d'antioxydants naturels comprenant des composés de couleur jaune, orange ou rouge. Ils constituent la classe la plus importante des composés phénoliques, plus de 5000 composés ont été décrits.

Les flavonoïdes dérivent du flavane qui contient 15 atomes de carbone rangés dans la configuration C₆-C₃-C₆ ; soit deux noyaux aromatiques A et B reliés entre eux par un hétérocycle oxygéné (c) (Beecher, 2003).

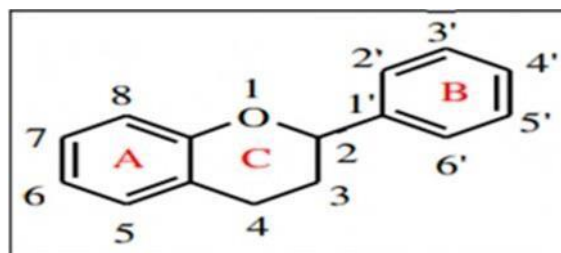


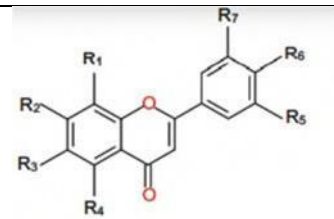
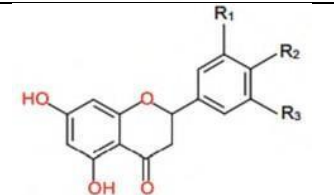
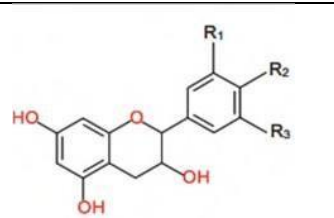
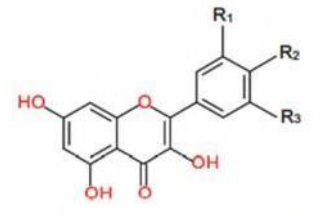
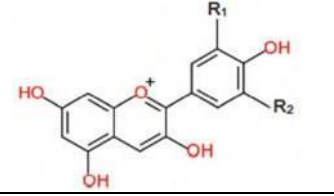
Figure I.6 : structure de base des flavonoïdes (Cristina, 2012).

Chapitre I

Les différents sous-groupes rencontrés sont les : les flavones, flavanols (catéchines), isoflavones, flavonols, flavonones et les anthocyanes (**Cristina, 2012**).

Dans l'écorce de citron on trouve plusieurs flavonoïdes, dont les plus abondants sont la naringine, l'hésperidine, la Quercétine, la diosmine et l'ériocitrine.

Tableau I.6 : Les différentes classes des flavonoïdes (**Cristina, 2012**).

Classe	Structure chimique	Exemple
Flavones		R1 = R2 = R3 = R4 = R5 = OCH3 ; R6 = R7 = H : Tangéretine
Flavanone		R1 = OH ; R2 = OCH3 : Hésperétine
Flavanol		R1 = R2 = OH ; R3 = H : Catéchine
Flavonol		R1 = R2 = OH ; R3 = H : Quercétine
Anthocyanidines		R1 = OH ; R2 = H : Cyanidine

I.12. Les propriétés antioxydants des polyphénols :

Les propriétés antioxydants des polyphénols sont dues à leur capacité à neutraliser les radicaux libres et à protéger les cellules contre les dommages oxydatifs. Les radicaux libres

Chapitre I

sont des molécules instables qui peuvent endommager les cellules et contribuer à l'apparition de maladies chroniques comme le cancer, les maladies cardiovasculaires et le vieillissement prématuré. Les polyphénols ont également des propriétés anti-inflammatoires, antivirales, anti-allergiques et anti-cancéreuses. Ils peuvent également aider à améliorer la fonction immunitaire, la santé cardiovasculaire et la santé cérébrale. Dans le citron, les flavonoïdes comprennent la naringine, l'héspéridine et la rutine, entre autres. Ces composés sont concentrés dans la peau et la pulpe blanche du fruit. Les polyphénols dans le citron peuvent varier selon la variété, la saison et les conditions de croissance (Beecher, 2003).

I.13. La pectine :

La pectine est une substance polysaccharidique naturelle présente dans les parois cellulaires des plantes. Elle est soluble dans l'eau et forme des gels lorsqu'elle est chauffée en présence d'un acide tel que l'acide citrique ou l'acide tartrique. La pectine est largement utilisée dans l'industrie alimentaire comme gélifiant, épaississant et stabilisant, en particulier dans la fabrication de confitures, gelées, desserts et produits laitiers.

La pectine est un mélange de polysaccharides linéaires et ramifiés, composés principalement d'acides galacturoniques liés par des liaisons alpha-1,4-glycosidiques et alpha-1,2-glycosidiques. La pectine peut être classée en fonction de sa structure chimique, de sa solubilité et de sa capacité à former des gels. Les principales catégories de pectine sont la pectine haute-méthoxylation (HM), la pectine faible-méthoxylation (LM) et la pectine amidée. La pectine HM est utilisée dans la fabrication de confitures et de gelées, où elle agit comme gélifiant. La pectine LM est utilisée dans les produits laitiers, les sauces, les boissons et les produits de boulangerie pour améliorer la texture et l'épaisseur. La pectine amidée est utilisée dans les produits à base de fruits acides, car elle résiste à l'abaissement du pH. En plus de son utilisation dans l'industrie alimentaire, la pectine est également utilisée dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique en raison de ses propriétés gélifiantes et épaississantes (Szczykutowicz et al, 2020).

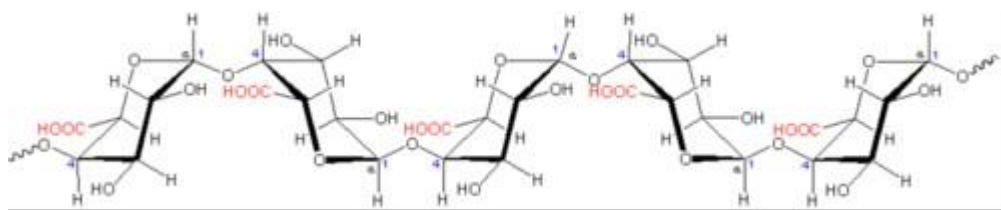


Figure I.7. Structure de la pectine.

I.14. Utilisation d'écorce du citron dans le domaine agroalimentaire :

- L'écorce de citron est utilisée dans l'industrie agroalimentaire pour ses propriétés aromatiques, gustatives et nutritionnelles. Elle contient une grande quantité d'huile essentielle, principalement constituée de limonène, qui lui confère un arôme frais et citronné caractéristique. Cette huile essentielle est utilisée comme ingrédient dans la fabrication de nombreux produits alimentaires, notamment les boissons, les confiseries, les produits de boulangerie et les produits laitiers ...) **(Didi et Yakoubi, 2021)**.
- L'écorce de citron est également riche en composés phénoliques, notamment en flavonoïdes et en acides phénoliques, qui présentent des propriétés antioxydants. Ces propriétés en font un ingrédient intéressant pour la fabrication de produits fonctionnels, tels que les compléments alimentaires et les aliments santé **(Szczykutowicz et al, 2020)**.
- L'écorce de citron peut également être utilisée comme ingrédient fonctionnel pour améliorer la texture et la stabilité des produits alimentaires. Elle est riche en pectine, une substance polysaccharidique naturelle qui agit comme épaississant et stabilisant dans de nombreux produits alimentaires, notamment les confitures, les gelées et les sauces ...) **(Didi et Yakoubi, 2021)**.
- L'écorce de citron est également utilisée dans l'industrie de la transformation des fruits pour la production d'extraits de citron et de poudre de citron déshydraté, qui peuvent être utilisés comme ingrédients dans de nombreux produits alimentaires **(Szczykutowicz et al, 2020)**.

Chapitre II : Généralités sur les émulsions

II.1. Définition des émulsions :

Les émulsions sont des dispersions d'un liquide non miscible dans un autre sous forme de gouttelettes.

Les gouttelettes d'une émulsion sont appelées phase dispersée, tandis que le liquide environnant est appelé phase continue. Le diamètre moyen des gouttelettes dispersées peut généralement aller de 100 nm à 100 μm (Kronberg, 2014). Ces deux phases n'ont pas la même solubilité. L'une est hydrophobe ou lipophile, on parle couramment de phase huileuse (H) et l'autre est hydrophile, on parle de phase aqueuse (E) (Doumeix, 2011).

Cependant, les émulsions sont des systèmes thermodynamiquement instables qui se séparent, plus ou moins rapidement, en deux phases. En raison de cette instabilité, il est nécessaire d'utiliser un troisième ingrédient appelé un tensioactif ou émulsifiant qui est en équilibre avec les phases dispersées et continues. (Bouyer et al, 2012).

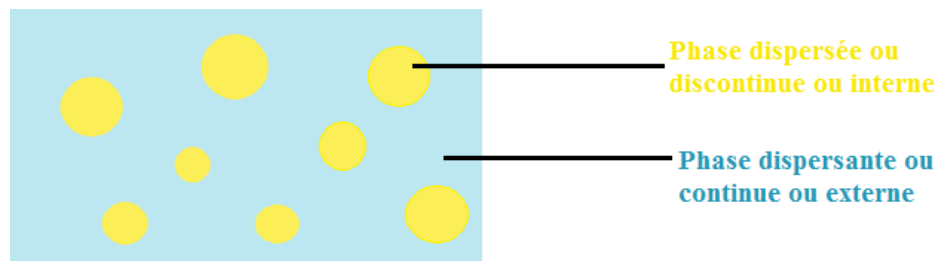


Figure II.1 : Représentation schématique d'une émulsion (Doumeix, 2011).

II.2. Composition et type d'émulsion :

II.2.1. Composition :

- La phase huileuse (lipophile) :

La phase huileuse, également appelée phase grasse, lipophile ou organique, comporte des huiles, des cires et des graisses (respectivement liquides, solides ou semi-solides à température ambiante) d'origine végétale, animale ou minérale. Des substances synthétiques dérivées ou non de substances naturelles sont également utilisées (Doumeix, 2011).

Chapitre II

Tableau II.1 : Exemples d'ingrédients de la phase huileuse (Doumeix, 2011).

Origine	Huile	Graisses	Cires
Végétale	Huile d'olives, de soja, d'arachide, d'amande, de tournesol...	Beurre de karité, de cacao, de mange...	Cire de carnauba, de soja, de jojoba, de candela
Animale	Huile de baleine, de cachalot de foie de requin, de morue...	Lanoline, lait de phoque, de baleine, suif	Cire d'abeille, blanc de baleine...
Minérale	Vaseline et paraffine	vaseline	Paraffine
Synthétique	Huile de silicone, esters et alcool gras	Esters gras	Cire de silicone, esters gras

- La phase aqueuse (hydrophile) :

La phase aqueuse ou la phase hydrophile contient l'eau et divers composants hydrosolubles. Les solutés de la phase aqueuse sont de nature diverse : ions minéraux, acides, bases, vitamines, glucides, protéines, etc.

En fonction du type d'émulsion (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique), des substances peuvent être ajoutées à l'une ou l'autre phase pour conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect...) (Doumeix, 2011).

- Emulsifiants :

En raison de l'instabilité des émulsions industrielles comportent toujours des émulsifiants, ou émulsionnants qui s'adsorbent spontanément aux interfaces, ce qui mène à la formation d'un film interfacial autour de la gouttelette de l'émulsion. Les émulsifiants utilisés sont divisés en trois groupes : les tensio-actifs, les particules solides et les polymères (Macclements, 2016).

II.2.2. Types d'émulsions :

- Les émulsions simples :

Elles sont constituées d'une phase dispersée dans une phase continue et d'un émulsifiant. Suivant que la phase continue est lipophile ou hydrophile, on définit deux types d'émulsions

Chapitre II

(Tableau II.2). La notion utilisée désigne toujours la phase dispersée en premier. La **figure II.2** donne une représentation schématique des deux types d'émulsions (**Benderrag, 2017**).

Tableau II.2 : Les deux types d'émulsions simples (**Doumeix, 2011**).

Sens de l'émulsion	Phase dispersé	Phase dispersante	Symboles
Emulsion Huile dans Eau = Emulsion de type aqueux = Emulsion directe	Lipophile	Hydrophile	L/H, O/W, H/E
Emulsion Eau dans Huile = Emulsion de type huileux = Emulsion inverse	Hydrophile	Lipophile	H/L, W/O, E/H

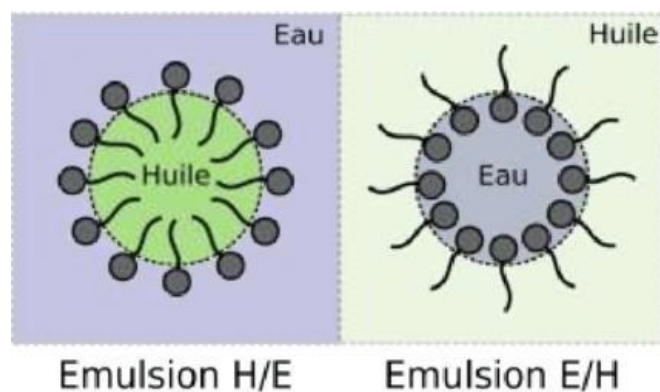


Figure II.2 : Les deux types d'émulsions simples (**Gauthier, 2019**).

- Les émulsions multiples :

Les émulsions multiples sont des émulsions d'émulsions, il s'agit d'une émulsion constituée de petites gouttelettes de phase continue elles-mêmes dispersées dans des gouttelettes de phase dispersée (**Rodriguez Rojas, 2007**), comme le montre la **figure II.3**

Chapitre II

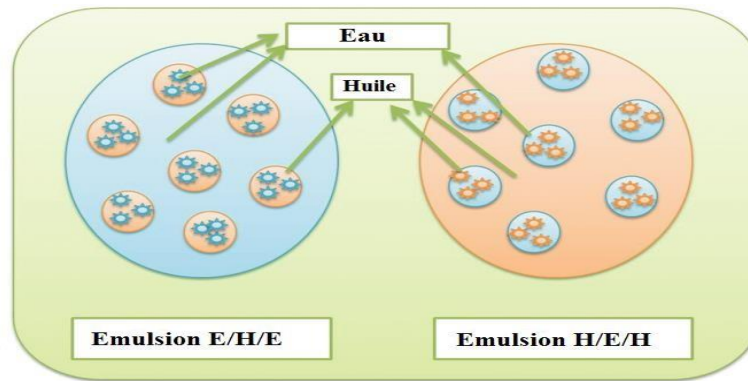


Figure II.3 : Les deux types d'émulsions multiples (Patel et Pathak, 2021).

- La taille des gouttelettes :

Les émulsions peuvent également être classées selon leur taille de gouttelettes en trois catégories : les macroémulsions, les microémulsions et les nanoémulsions.

Les macroémulsions sont des systèmes d'émulsion avec des tailles de gouttelettes allant de 0,1 à 100 μm . Ces tailles permettent la diffusion de la lumière et donnent leur couleur blanche à ces systèmes. Les microémulsions sont souvent transparentes à l'œil, peu visqueuses et thermodynamiquement stables (Friberg et Venable, 1983). Cette stabilité est due à leur très faible tension interfaciale et à la taille suffisamment faible des gouttelettes (varie de 100 \AA à 100 nm) (Solans et al, 1997). La dernière catégorie, les nanoémulsions, fait référence aux émulsions dont la taille des gouttelettes est à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire avec un diamètre moyen de 20 à 200 nm. Les nanoémulsions ont tendance à être légèrement troubles si le diamètre des gouttelettes approche 80 nm (McClements, 2011 ; Wooster et al, 2008). Contrairement aux microémulsions, les nanoémulsions ne sont pas thermodynamiquement stables.

II.3. Domaines d'application :

Les émulsions sont utilisées dans de nombreux domaines d'application. Voici quelques exemples (Protat, 2016) :

- **Industrie alimentaire :** Les émulsions multiples E/H/E ont aussi de nombreuses potentialités d'application pour encapsuler et protéger des composés hydrophiles, comme des parfums volatils, des vitamines et pour améliorer la sensorialité de certains aliments, ainsi que pour masquer le goût désagréable de certaines molécules.

Chapitre II

De nombreux aliments se présentent sous forme d'émulsions, notamment le lait et ses dérivées (beurre, crème, etc.), la margarine, la mayonnaise, vinaigrette, etc.

- **La vinaigrette** : Les vinaigrettes sont des produits liquides ou semi-liquides à base d'huile (s) végétale (s) et de vinaigre (s) de fermentation d'origine agricole. Eventuellement complétée d'autres ingrédients. Utilisés pour aromatiser, hydrater et enrichir les salades, en outre, elles peuvent être utilisées comme tartinades pour sandwiches ou comme ingrédients dans une variété de recettes.
- **Industrie pharmaceutique** : Les émulsions sont utilisées dans la fabrication de produits pharmaceutiques ainsi que pour transporter et protéger les ingrédients actifs. Par exemple, de nombreux médicaments anticancéreux sont hydrophiles et peuvent être formulés sous forme d'émulsions E/H/E, réduisant ainsi certains des effets secondaires de ces ingrédients actifs.
- **Industrie pétrolière** : Les émulsions stimulables sont très étudiées pour la récupération assistée du pétrole. En effet, l'injection sous haute pression d'une solution aqueuse contenant un émulsifiant permet de récupérer l'huile bloquée dans les porosités de la roche sous forme d'une émulsion directe.
- **Industrie cosmétique** : Les émulsions sont utilisées pour formuler des produits cosmétiques depuis l'antiquité. Elles permettent en effet d'obtenir une large gamme de textures et d'améliorer la sensorialité des produits. Pour les crèmes par exemple, les émulsions multiples E/H/E évitent la sensation de gras sur la peau tout en conservant les propriétés hydratantes des émulsions inverses.

II.4. Mécanismes de stabilisation :

Les émulsions sont essentiellement des systèmes hors équilibre thermodynamique. Il est donc nécessaire d'utiliser des molécules pour les stabiliser. Pour assurer cette fonction, des émulsifiants peuvent être utilisés pour agir sur l'interface entre les phases, ou pour modifier la viscosité de la phase externe grâce à des agents de viscosité.

II.4.1. Tensioactifs :

Le terme "tensioactif" (TA) signifie "agent actif de surface". Les tensioactifs sont capables de modifier l'interface entre différentes phases. Dans un système constitué de deux phases non miscibles (aqueuse et grasse), les tensioactifs vont s'orienter selon leur polarité. La tête polaire (hydrophile) du tensioactif va s'orienter vers la phase plus polaire (hydrophile), tandis que la

Chapitre II

partie non polaire (lipophile) aura une plus grande affinité pour la phase non polaire (lipophile) (Fameux et al, 2013). Les tensioactifs ont tendance à créer un "pont" entre deux phases, ce comportement unique est assuré par la structure "amphiphile" de telles molécules, généralement exprimée de la manière suivante :

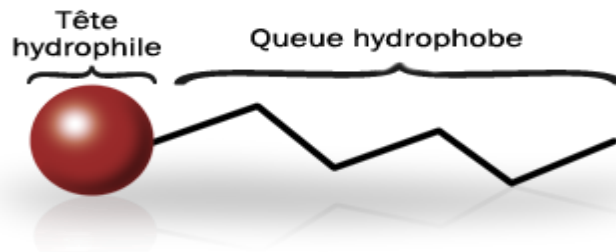


Figure II.4: Structure schématique d'un tensioactif (Cintrat et Kernen, 2011).

- Classification :

Il existe différentes classifications possibles des tensioactifs. Ils peuvent être classés par :

- **Leur origine** : naturelle (Exp : la lécithine, la caséine) ou synthétique (Exp : savon alcalins, cétylsulfate de sodium).
- **La longueur de la partie lipophile** : permet de classer les tensioactifs en agents mouillants (C_8-C_{10}), détergents ($C_{12}-C_{16}$), émulsionnants ou adoucissants ($C_{18}-C_{22}$).
- **La nature de sa tête polaire** (non ionique, anionique, cationique ou amphotère) (Figure II.5) (Rondel, 2009).

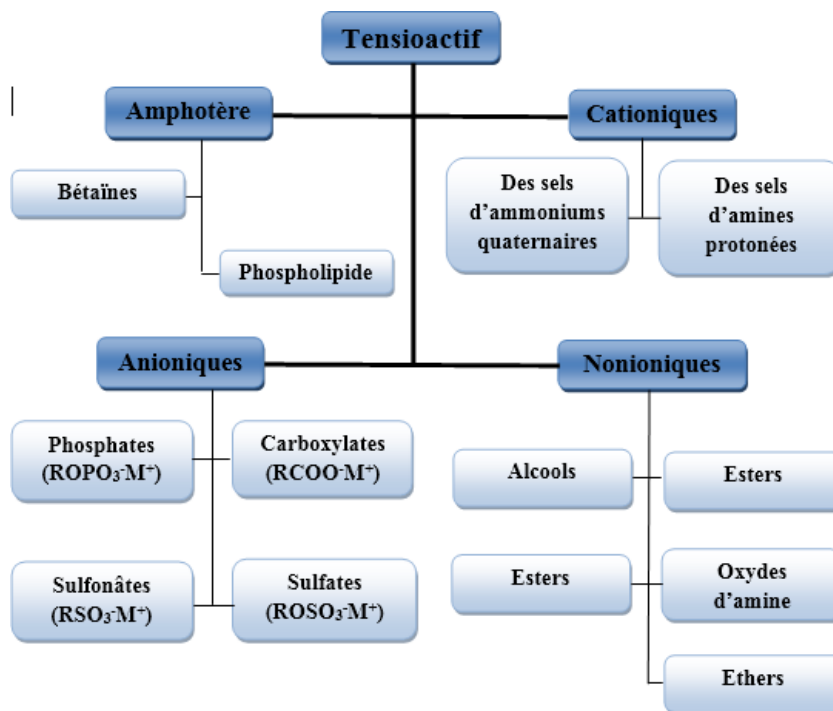


Figure II.5 : Classification des tensioactifs en fonction de la nature de leur tête polaire (Terescenco, 2018).

- Rôle :

Les tensioactifs sont de petites molécules amphiphiles aux propriétés émulsifiantes. Du fait de la présence de pôles hydrophiles et lipophiles, ces molécules se situent à l'interface entre les phases d'émulsion. Du côté hydrophile de l'interface, le tensioactif établit des liaisons hydrogène et ioniques avec la phase aqueuse. En termes de lipophilie, la molécule établit des liaisons de van der Waals et des interactions hydrophobes avec la phase grasse. Cette disposition permet d'abaisser la tension interfaciale du système, facilitant ainsi l'émulsification (diminution de l'énergie apportée) et stabilisant l'émulsion (Stauffer, 2014).

II.4.2. Particules solides :

Des particules solides peuvent, dans certains cas, stabiliser des émulsions qui sont alors appelées émulsions de Pickering. Ces particules sont de dimension colloïdale (inférieure à quelques centaines de nanomètres). Le mécanisme de stabilisation vient de leur adsorption interfaciale (sans abaissement de la tension interfaciale) et des interactions interparticulaires. Les particules doivent être mouillées par les deux phases de l'émulsion. La présence des particules solides à la surface des gouttes assure une stabilisation stérique empêchant leur

Chapitre II

coalescence. La présence de particules dans la phase continue peut également entraîner la formation d'un réseau tridimensionnel réduisant ainsi les possibilités de migration des globules, plusieurs types de particules solides (métalliques, minérales et organiques) peuvent être utilisés, tels que : le dioxyde de titane, l'oxyde de fer, les hydroxydes métalliques, les silices, les argiles, le carbonate de calcium et les latex de polystyrène (**Bouyer, 2011**).

II.4.3. Polymères :

Les polymères sont de macromolécules qui peuvent être naturelles, comme les protéines et certaines gommes, ou synthétiques, comme l'acide polyacrylique et la polyvinylpyrrolidone, qui s'adsorbent à l'interface entre deux liquides pour réduire la tension interfaciale et stabiliser les gouttelettes. Il existe également des polymères qui stabilisent les émulsions en augmentant la viscosité de la phase aqueuse continue (**Bouyer, 2011**).

II.5. Mécanismes de déstabilisation :

Les principaux mécanismes de déstabilisation d'une émulsion peuvent être séparés en deux catégories :

Les phénomènes de déstabilisation peuvent être réversibles (sédimentation, crémage et floculation) ou irréversibles (mûrissement d'Ostwald ou coalescence).

II.5.1. Sédimentation et crémage :

La sédimentation et le crémage sont induits par gravité et dépendent de la densité des gouttelettes par rapport à la densité de la phase continue. Lorsque la phase dispersée monte (si sa densité est inférieure à la phase continue), on parle de crémage ; lorsque la phase dispersée baisse, on parle de sédimentation (si sa densité est supérieure à la phase continue). C'est un phénomène réversible (**Pierat, 2010**).

II.5.2. Floculation :

Il arrive que les gouttelettes se rassemblent pour former des grappes, c'est le phénomène de floculation. C'est le résultat de la compétition entre agitation thermique et forces de Van der Waals. Ce phénomène peut être irréversible lorsque l'attraction est très énergétique, mais réversible lorsqu'elle est peu énergétique (**Stauffer, 2014**).

Chapitre II

II.5.3. Coalescence :

C'est un processus d'amincissement et de rupture du film liquide entre les gouttelettes qui résulte la fusion irréversible de deux gouttes adjacentes de phase dispersée. Elle peut mener à la destruction de l'émulsion, et donc à la séparation de deux phases non miscibles (**Cansell, 2008**), et à terme on revient au système diphasique de départ. La force motrice de la coalescence est la surface ou les fluctuations du film ; cela se traduit par une approche rapprochée des gouttelettes, les forces de van der Waals étant fortes et empêchant leur séparation (**Tadros, 2009**).

II.5.4. Murissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire :

Le mûrissement d'Ostwald est une instabilité qui résulte de l'inhomogénéité de la taille des gouttelettes et de la suppression de La place. Le retour à l'équilibre thermodynamique s'accompagne du transfert d'espèces des petites aux grosses particules à travers la phase continue. Au cours du processus de transfert, les petites classes disparaissent, ce qui est un phénomène irréversible (**Stauffer, 2014**).

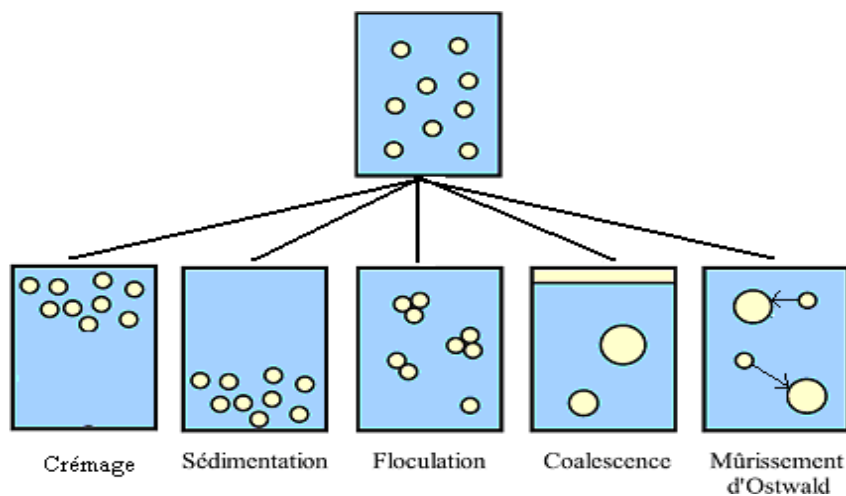


Figure II.6 : Différents mécanismes de déstabilisation des émulsions (**Lignel, 2014**).

Chapitre II

II.6. Concepts de formulation :

II.6.1. Variables de composition et variables de formulation physico-chimiques :

La formulation d'une émulsion se résume à la sélection de valeurs pour deux catégories de variables : les variables de composition et les variables physico-chimiques. Les variables de composition sont les proportions relatives des principaux composants du système : tensioactif, eau, huile. Nous nous référons à tous les paramètres physiques (température, pression) ou chimiques (nature des constituants principaux et des additifs, proportion des additifs) qui peuvent affecter le système en tant que variables de formulation physico-chimiques (**Pierat, 2010**).

II.6.2. Règle de Bancroft :

Cette règle énoncée en 1913 permet de prévoir le sens d'une émulsion à partir de l'affinité des tensioactifs utilisés comme émulsifiant (**Bancroft, 1913**).

Selon cette règle, la phase continue sera la phase ayant la plus grande affinité pour le tensioactif. En d'autres termes, les composés hydrophiles formeront des émulsions H/E, tandis que les composés hydrophobes formeront des émulsions E/H (**Bancroft, 1913**).

II.6.3. Inversion de phase :

Une inversion de phase a lieu quand la phase continue d'une émulsion devient la phase dispersée, et inversement. Une inversion d'émulsion peut se faire lors d'un changement de formulation ou de composition qui provoque un changement du type de l'émulsion. Ce type d'inversion est appelé inversion dynamique car elle a lieu à cause de ce changement continu. Une inversion peut être favorable ou défavorable, et sera exploitée ou évitée. L'intérêt principal du procédé d'émulsification par inversion de phase est la taille des gouttes, généralement plus faible qu'avec un procédé d'émulsification direct, en apportant moins d'énergie mécanique (**Pierat, 2010**).

Chapitre II

II.7. Procédés de fabrication des émulsions :

Selon la littérature, plusieurs méthodes sont disponibles pour la préparation d'émulsions et de nanoémulsions (rayons de taille de gouttelettes allant de 50 à 200 nm) (**Tadros, Izquierdo et al, 2004**). Le procédé consiste uniquement à mélanger les deux phases liquides. Dans l'une des deux phases, le tensioactif hydrophile ou lipophile se dissout pour former un liquide homogène (**Anton et Vandamme, 2011**). Une fois les deux liquides en contact, un procédé d'émulsification (homogénéisateur haute pression, émulsification basse énergie à température constante ou application d'une température d'inversion de phase, émulsification acoustique) est nécessaire, permettant d'obtenir des nanoémulsions immédiatement présentes dans une phase de l'émulsion, les amphiphiles sont stables (**Tadros, Izquierdo et al. 2004 ; Anton et Vandamme, 2011**).

Chapitre III

Chapitre III

Mise en œuvre expérimentale

III.1. Présentation du matériel et réactifs :

III.1.1. Matériel et appareillages :

Le matériel et appareillage utilisés dans ce travail sont donnés ci-dessous :

- Une plaque chauffante (kika, werke).
- Une balance électronique(OHAUS).
- Un spectrophotomètre UV-Visible (thermo SCIENTIFIC, EVOLITION 220).
- Un broyeur (RETSCH ZM 200).
- L'ultra-turrax (T25) marque IKA.
- Granulométrie.
- Étuve.
- Un aspirateur.

III.2. Réactifs chimiques :

L'ensemble des réactifs utilisés lors des expériences est présenté dans Le tableau III. 1 :

Tableau III. 1 : Réactifs utilisés.

Réactifs	Masse molaire g/mol	Pureté %	Formule chimique
Trichlorure d'aluminium Hexa-hydraté	241.33	100	$\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$
Carbonate de sodium	105,99	99,8	Na_2CO_3
Réactif de Folin-Ciocalte	/	/	/
Méthanol	32.04	99	$\text{CH}_4 \text{ O}$
Acide gallique	118.14	/	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5, \text{H}_2\text{O}$
Quercétine	302.24	95	$\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$
DPPH	394.32	90	$\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{O}_6$
Acide acétique	60.052	99,7	CH_3COOH

Chapitre III

III.3. Préparation des émulsions

Le principal objectif de ce travail est de la préparation de sauces d'assaisonnement (vinaigrette) stabilisées. Ces sauces sont des émulsions du type eau/huile. Les deux phases sont préparées comme suit :

III.3.1. La phase aqueuse :

L'acide acétique :

La phase aqueuse est constituée essentiellement d'acide acétique (CH_3COOH) solubilisé dans l'eau. Cet acide appelé aussi acide éthanoïque est un liquide incolore, d'aspect aqueux, à odeur de vinaigre vive et pénétrante, il représente le principal constituant du vinaigre après l'eau. Il peut dissoudre les composés polaires tels que les sels et les sucres. Il se mélange facilement avec les nombreux autres solvants polaires ou non polaires tels que l'eau. Pour cela, il est utilisé largement dans l'industrie chimique.

III.3.2. La phase huileuse :

Huile de tournesol :

L'huile végétale utilisée dans cette étude pour la préparation des émulsions est d'huile 100% tournesol : " Fleurial " commercialisée par la société agro-industrie Cevital. Elle est pure, légère extraite de graines de tournesol. Cette l'huile est composée de 98% de triesters d'acides gras, les 2% restants sont, entre autres, des stérols et du tocophérol. La composition en acides gras de l'huile de tournesol utilisé est représentée dans le **tableau III.2** (en % massique).

Tableau III.2 : Composition en acides gras de l'huile de tournesol.

Composé	Pourcentage %
Acides gras saturés	10
Acides gras mono-insaturés	30
Acides gras polyinsaturés	60

Chapitre III

III.3.3. Agent émulsifiant

Nous avons utilisé comme agent émulsifiant les écorces séchées de citron récolté de trois régions différentes d'Algérie (Amizour, El Kesseur et Boufarik).

La récolte de citron est effectuée au mois de mars (Amizour et el Kesseur) et mai (Boufarik) 2023.

Après la récolte de citron, rinçage, essuyage, et épluchage, les écorces de citron sont coupées en petites morceaux à l'aide des ciseaux inoxydables puis séchées dans une étuve à 50 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Une fois séchées, elles sont broyées à l'aide d'un broyeur, les poudres obtenues sont tamisées à l'aide d'un tamiseur dont la taille des mailles est de 0,2 mm (figure III.1). Ces poudres sont conservées dans des bocaux en verre à l'abri de la lumière et stockées dans un dessiccateur pour les protégeres contre l'humidité.



Figure III.1 : a) Les écorces séchées b) La poudre des écorces.

III.4. Mode opératoire et méthodes d'analyse :

III.4.1. Préparations des solutions :

✓ **Solution de Folin Ciocalte (FC) diluée (1/10) :**

Un volume de 1 ml de FC est additionné avec 9 ml d'eau distillé stockée à labri de la lumière dans le réfrigérateur.

✓ **Solution de chlorure d'aluminium hexa hydraté $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2%) :**

Dans une fiole de 100 ml nous avons versé une masse de 3,62g de chlorure d'aluminium, sous la haute nous avons rempli la moitié du la fiole avec méthanol, et agiter jusqu'à la dissolution totale, puis nous continuons à remplir jusqu'au trait de jauge.

✓ **Solution de carbonate de sodium (à 7,5%) :**

Chapitre III

Nous avons versé une masse de 7,5 g (pesée à l'aide d'une balance de précision à 1mg) de carbonate de sodium dans une fiole de 100ml, puis nous avons ajouté une quantité d'eau distillée et nous avons agité jusqu'à sa dissolution totale, ensuite nous avons rempli jusqu'au trait de jauge.

✓ **Solution du DPPH :**

Une masse de 0,0028g est introduite dans une fiole de 100ml, nous avons ajouté du méthanol et agité jusqu'à sa dissolution totale, puis complété jusqu'au trait de jauge.

✓ **Solution de l'acide acétique (phase aqueuse) :**

Dans une fiole de 1000 ml nous avons versé un volume de 5,7 ml d'acide acétique dans l'eau distillée pour avoir une solution de 0,1M.

✓ **L'huile végétale « Fleurial » (phase huileuse) :**

L'huile utilisée est obtenue du marché local de la ville de Bejaia et n'a subi aucun traitement.

III.4.2. Extraction par infusion :

Nous avons procédé avec le même protocole pour les trois poudres d'écorce de citron. Une masse de 1g de poudre est introduite dans un erlenmeyer, un volume de 50ml d'eau distillée chauffée à une température de 80°C est additionné, puis nous avons laissé infuser pendant 20min à l'abri de lumière. Le mélange est par la suite filtré en utilisant la méthode de la filtration sous vide, cette dernière nous permet de récupérer la totalité de l'extrait.

III.4.3. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes :

III.4.3.1. Dosage des polyphénols :

➤ **Principe :**

Le dosage des polyphénols totaux (PT) des extraits obtenus, a été effectué par spectrophotométrie UV-Visible, selon la méthode de (Sketget et al, 2005). Cette dernière est basée sur la réaction colorée des composés phénoliques avec le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀) qui est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W₈O₂₃) et de molybdène (Mo₈O₂₃) en présence de carbonate de sodium. La coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques présents dans le milieu et donne un maximum d'absorption à 760 nm.

Chapitre III

✓ **Mode opératoire :**

1ml d'extrait dilué (16 fois) est mélangé avec 1ml du réactif FC et 0,8 ml de Na₂CO₃, le mélange est agité et incubé à l'obscurité. Après 30 minutes de repos à température ambiante, l'absorbance est mesurée à l'aide du spectrophotomètre à la longueur d'onde de 760 nm. La teneur en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique. Les résultats sont exprimés en gramme équivalent d'acide gallique (g EAG) par 100 grammes de matière sèche (g EAG/100g MS) (Fkih, 2007).

✓ **Préparation du blanc :**

1ml d'eau distillée a été mélangé avec 1ml du réactif FC + 0,8 ml Na₂CO₃, agité et incubé à l'abri de la lumière.

✓ **Courbe d'étalonnage de l'acide gallique :**

Une courbe d'étalonnage est réalisée à 760 nm dans les mêmes conditions opératoires, en utilisant l'acide gallique comme réactif de référence à différentes concentrations initiales.

✓ **Préparation de la solution mère d'acide gallique mono hydraté (C₆H₆O₅, H₂O) :**

Une masse de 0,0236g d'acide gallique (AG) a été versé dans une fiole de 50 ml, ensuite une quantité d'eau distillée est ajoutée, la solution est agitée jusqu'à dissolution totale de l'acide gallique puis complété jusqu'au trait de jauge.

✓ **Préparation des étalons :**

A partir de la solution mère (4. 10⁻⁴ g/ml) d'acide gallique nous avons préparées 11 étalons de différentes concentrations des fioles de 25ml. Les concentrations des étalons de l'acide gallique sont incluses dans l'intervalle de [0.05 - 4.8]. 10⁻² mg/ ml

✓ **Dosage des étalons :**

Les étalons préparés sont dosés en suivant le même protocole de dosage précédemment décrit. Nous avons établi la courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols en mesurant les absorbances des différents étalons dosés à la longueur d'onde 760 nm.

✓ **Calcul de la teneur en polyphénols :**

Les extraits sont préparés en ajoutant 1g de la matière sèche à 50 ml d'eau distillée, donc une concentration de :

$$[MS] = \frac{1 \text{ g MS}}{50 \text{ ml}} = 0.02 \text{ g MS/ml eau}$$

Chapitre III

Après la lecture de l'absorbance à 760 nm, la concentration PT est calculée en mg équivalent AG/ml à partir de l'équation de la droite d'étalonnage obtenue.

$$[\text{PT}] = X \text{ (mg EAG/ml)}$$

La teneur en polyphénols est exprimée en mg équivalent d'acide gallique g de matière sèche :

$$\frac{[\text{PT}]}{[\text{MS}]} = \frac{X}{0.02} = 50 X \text{ (mg EAG/g MS)}$$

La teneur en polyphénols est aussi exprimée en g équivalent d'acide gallique par 100g de matière sèche :

$$\frac{[\text{PT}]}{[\text{MS}]} = \left[\frac{X}{0.02} \right] \times 0.1 = 5 \text{ (g EAG/100g MS)}$$

III.4.3.2. Dosage des flavonoïdes :

➤ Principe :

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée par la méthode de dosage par le chlorure d'aluminium (AlCl_3). Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre en position 5 susceptible de donner, en présence de l' AlCl_3 , un complexe (flavonoïde-aluminium) jaunâtre est formé par chélation des ions Al^{3+} . La coloration jaune produite est proportionnelle à la quantité de flavonoïdes contenus dans l'extrait.

✓ Mode opératoire :

2 ml de l'extrait dilué (3fois) est homogénéisée avec 2ml de chlorure d'aluminium AlCl_3 (2% dans du méthanol). Le mélange est incubé pendant 15 min à l'obscurité et à température ambiante. La lecture des absorbances est effectuée à 430 nm, les résultats sont exprimés en g d'équivalent quercétine par 100 g de matière sèche (g EQ/100g MS). En se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec la quercétine.

✓ Préparation de blanc :

2 ml d'eau distillée est mélangée avec 2 ml de la solution de AlCl_3 (2% dans le méthanol).

✓ Courbe d'étalonnage :

Une courbe d'étalonnage est réalisée dans les mêmes conditions opératoires, et les absorbances sont lues à la longueur d'onde de 430 nm, en utilisant la quercétine comme réactif de référence à différente concentration initiale.

✓ Préparation de la solution mère de la quercétine :

Chapitre III

Une quantité de 0.025 g de la quercétine est introduite dans un tube à essai, puis 10ml de méthanol sont ajoutés, la solution est agitée jusqu'à la dissolution complète de quercétine. 1ml de cette solution est prélevé puis versé dans une fiole de 50ml, puis complété avec du méthanol jusqu'au trait de jauge, une solution mère d'une concentration de 0.05 mg/ml est obtenue.

✓ **Préparation des étalons :**

A partir de la solution mère (0.05mg/ml) de quercétine 8 étalons de concentration allant de 0,001 à 0,04 (**mg/ml**) ont été préparés. Une courbe d'étalonnage est réalisée dans les mêmes conditions opératoires.

✓ **Dosage des étalons :**

Nous avons réalisé un dosage de ses étalons de la même façon que pour les flavonoïdes totaux pour tracer la courbe d'étalonnage. La teneur en flavonoïdes est exprimée en mg équivalent de quercétine g de matière sèche :

$$\frac{[FT]}{[MS]} = \frac{X}{0.02} = 50 X \text{ (mg EQ/100g MS)}$$

La teneur en flavonoïdes peut aussi être exprimée en g équivalent de quercétine par 100g de matière sèche.

$$\frac{[FT]}{[MS]} = \frac{X}{0.02} \times 0.1 = 5 X \text{ (mg EQ/100g MS)}$$

X : la concentration des étalons en Q dans les écorce dans les écorces de citron

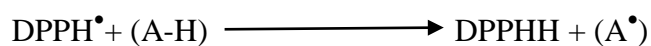
III.4.3.3. Evaluation de l'activité antioxydant par piégeage de radical libre DPPH :

➤ **Principe :**

L'activité anti-radicalaire est évaluée et rapportée par plusieurs auteurs, cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazil (DPPH) (**Yahiaoui, 2019**).

Ce dernier est réduit sous la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène.

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



Où AH est un composé capable de céder un radical H[•] au radical DPPH. Le DPPH[•]

Chapitre III

est un radical libre, de couleur violette qui devient jaune quand il est réduit par un donneur d'hydrogène H. La réaction est suivie par mesure de l'absorbance par spectroscopie UV-vis et dépend de la nature et de la concentration de la matière à étudier.

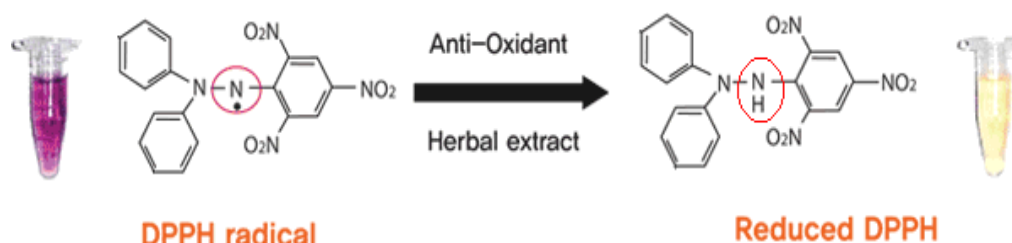


Figure III.2 : Structure et couleur de la forme réduite DPPH et celle de la forme radical DPPH[•] (Yahaioui, 2019).

✓ Mode opératoire

La détermination de l'activité antioxydant par le radical DPPH a été effectuée selon la méthode décrite par Burits et Bucar (**Mansouri, et al, 2005**). Le protocole utilisé pour la détermination de pourcentage d'inhibition du radical DPPH est illustré dans **la figure III.3 :**

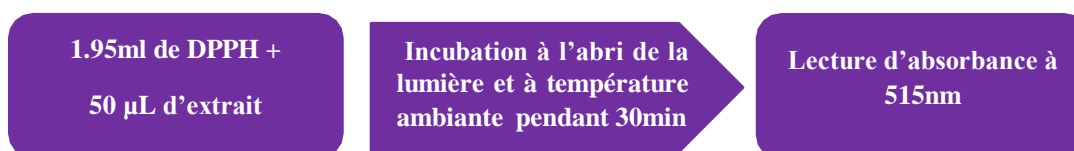


Figure III.3 : Protocole de la détermination de l'activité antioxydant par le radical DPPH.

✓ Préparation de blanc :

1.95 ml du méthanol est mélangé avec 50 µl d'eau distillée.

✓ Préparation du témoin :

Un volume de 1.95 ml de la solution de DPPH est mélangé avec 50 µl d'eau distillée.

- Le pourcentage de neutralisation du radical de DPPH est calculé selon la formule suivante (**Gadaw, 1997**) :

$$I(\%) = [(ABS_T - ABS_E) / A_T * 100]$$

I(%) : Pourcentage d'inhibition

ABS_T : Absorbance du témoin (DPPH).

Chapitre III

ABS_E : Absorbance de l'échantillon préparée.

III.5. Technique d'analyse : Spectrophotométrie UV-Visible :

Les analyses spectroscopiques UV-visible des extraits d'écorces de citron, des polyphénols totaux et des flavonoïdes de chaque échantillon ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre «EVOLUTION 220, Thermo SCIENTIFIC » couplé à un microordinateur. Des cuves en quartz de trajet optique de 1cm sont utilisées pour le tracé des spectres d'absorbances des extraits dans l'intervalle [200nm - 800nm], pour les dosages des polyphénols totaux et des flavonoïdes et l'activité anti radicalaire (DPPH) les absorbances sont mesurés à 760nm, et à 430nm et 516nm respectivement.

III.6. Rotor stator (Ultra turrax) :

Pour la préparation des émulsions, nous avons utilisé l'huile végétale de tournesol, une solution d'acide acétique à 0.1M et un émulsifiant (poudre d'écorce de citron), par utilisation d'un émulseur ultra turrax pour l'homogénéisation de tous les mélanges.

Le mélangeur rotor-stator se compose d'un stator percé d'orifices ou de fentes plus ou moins serrées et d'un rotor tournant à grande vitesse, pour homogénéiser les échantillons par déchirure mécanique, forces de fluide de cisaillement et/ou cavitation (formation et effondrement rapides de bulles). La pré-émulsion passe à travers un orifice très étroit (de diamètre inférieur à 10 µm), dans lequel les gouttes subissent de fortes variations de pression (de 5 à 100 mPa), et seront pulvérisées sous l'effet de contraintes telles que la turbulence. Cet appareil permet de faire varier la vitesse d'agitation de 3400 à 24 000 tours par minute.

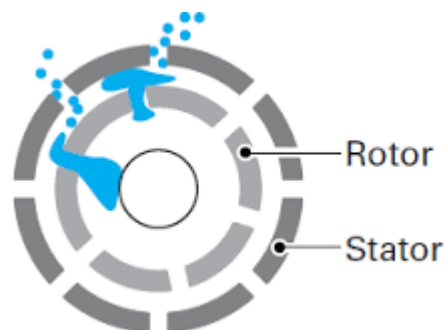


Figure III.4 : Principe de fonctionnement d'un rotor stator (Lignel, 2014).

Chapitre III

III.7. Etude de l'effet de différents paramètres de procédé sur la stabilité d'une émulsion :

L'objectif de cette partie est de déterminer les paramètres de procédés et de composition optimale et leur effet sur la stabilité d'une émulsion alimentaire. Cette méthode consiste à faire varier un paramètre et fixer les autres, comme suit :

a. Effet de la vitesse et le temps d'agitation :

Nous avons fixé le rapport volumique à 0,5 et la masse de poudre ($m = 0,1g$) et nous avons varié la vitesse et le temps comme suit :

- ✓ La vitesse d'agitation (3400tr/min, 4400tr/min, 5000tr/min, 6800tr/min, 10000tr/min).
- ✓ Le temps d'agitation (2min, 5min, 7min, 10min).

b. Effet de masse de la poudre des écorces de citron :

Pour déterminer l'effet de ce paramètre, nous avons fixé le rapport volumique (0,5), la vitesse et le temps à partir d'étude précédente, et varié la masse de la poudre d'écorce (0.04g, 0.06g, 0.08g, 0.1g). Nous avons préparé aussi une émulsion témoin sans l'ajout de l'émulsifiant.

c. Effet du rapport volumique :

A partir des résultats des études antérieures, nous fixons les paramètres (la vitesse, le temps et la masse), et varions le rapport volumique (0.25, 0.5, 0.75, 1).

- Après avoir déterminé les paramètres optimaux afin d'obtenir une émulsion stable, nous avons préparé des émulsions en tenant compte de ces paramètres avec des différents émulsifiants (la poudre d'écorces de citron de différents régions CE, CA et CB) pour la détermination du meilleur.

III.8. Analyse de la microstructure :

Les paramètres principaux étudiés pour décrire la microstructure d'une émulsion sont la taille, la distribution de taille des gouttelettes et leur organisation les uns par rapport aux autres en utilisant la granulométrie laser.

➤ Granulométrie laser :

La granulométrie laser est l'une des techniques les plus utilisées permettant d'obtenir des informations sur la taille et la distribution de taille des gouttelettes d'un système dispersé. En

Chapitre III

suivant l'évolution de ces deux paramètres au cours du temps, cette technique met en évidence certains phénomènes de déstabilisation. En revanche, la préparation de l'échantillon nécessitant le plus souvent sa dilution préalable, cette technique ne permet pas de caractériser l'organisation originale des gouttelettes au sein de l'émulsion.



Figure III.5 : Appareillage d'analyse Granulométrie FRITSCH

• Principe :

Le principe de la granulométrie à laser repose sur la projection d'un laser à travers l'échantillon. Selon la taille des gouttelettes, elles diffusent la lumière à des angles variables par rapport au faisceau de lumière.

Ainsi, plus les gouttelettes sont d'une taille importante plus l'angle de déviation est petit. Inversement, plus les gouttelettes sont de petites tailles, plus l'angle de déviation n'est important.

- La granulométrie permet ainsi d'obtenir l'ensemble des tailles des gouttelettes présentes dans un échantillon ainsi que leur proportion. Les émulsions peuvent être très instables, c'est pourquoi il est nécessaire de réaliser cette analyse très peu de temps après avoir réalisé l'émulsion (**Fantou, 2018**).

➤ **Bottel test :**

Le **Bottel** test consiste à observer le comportement d'une émulsion au cours du temps, à une température donnée. Un volume donné d'émulsion fraîchement fabriquée est introduit dans un tube gradué que l'on bouche. Cette ampoule est observée à intervalles réguliers (tous les jours par exemple) pour observer les éventuelles démixtions et noter la hauteur des limites entre des zones d'aspects différents.

Dans notre cas, nous avons versé les émulsions préparées dans des tubes gradués afin de suivre le déphasage (le volume séparé) pendant des temps bien déterminés.

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Evaluation de la teneur en antioxydants des écorces de citron :

IV.1.1. Dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes totaux :

IV.1.1.1. Dosage des polyphénols totaux :

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué en utilisant la méthode spectrophotométrique avec le réactif de Folin-Ciocalte. Les résultats obtenus sont exprimés en grammes équivalents d'acide gallique par 100 grammes de matière sèche (g EAG/100 g MS), en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique, représentée dans la **figure IV.1**.

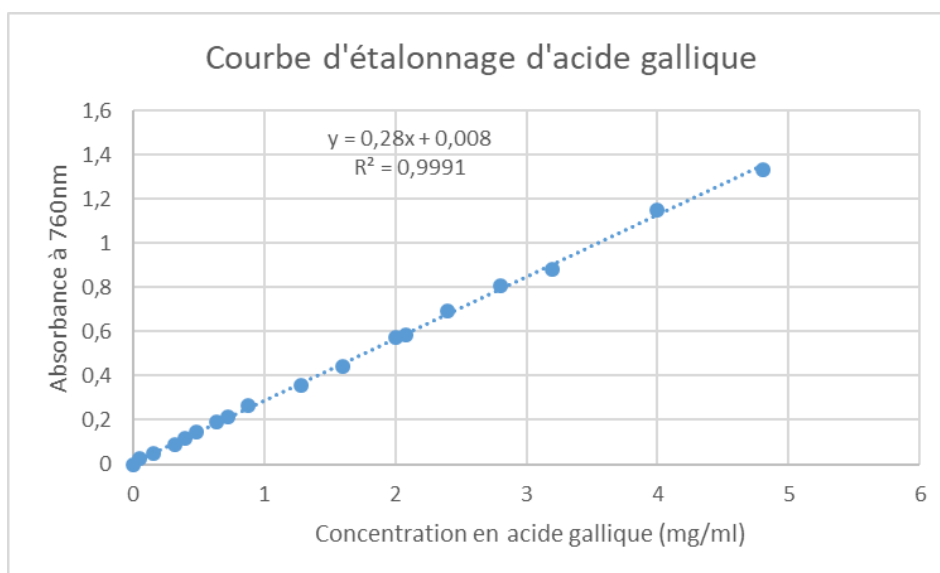


Figure IV.1 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

IV.1.1.2. Dosage des flavonoïdes totaux :

Le dosage des flavonoïdes totaux a été réalisé par la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$). Les résultats obtenus sont exprimés en grammes équivalents de quercétine par 100 grammes de matière sèche (g EQ/100g MS), en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage de la quercétine, telle qu'illustrée dans la **figure IV.2**.

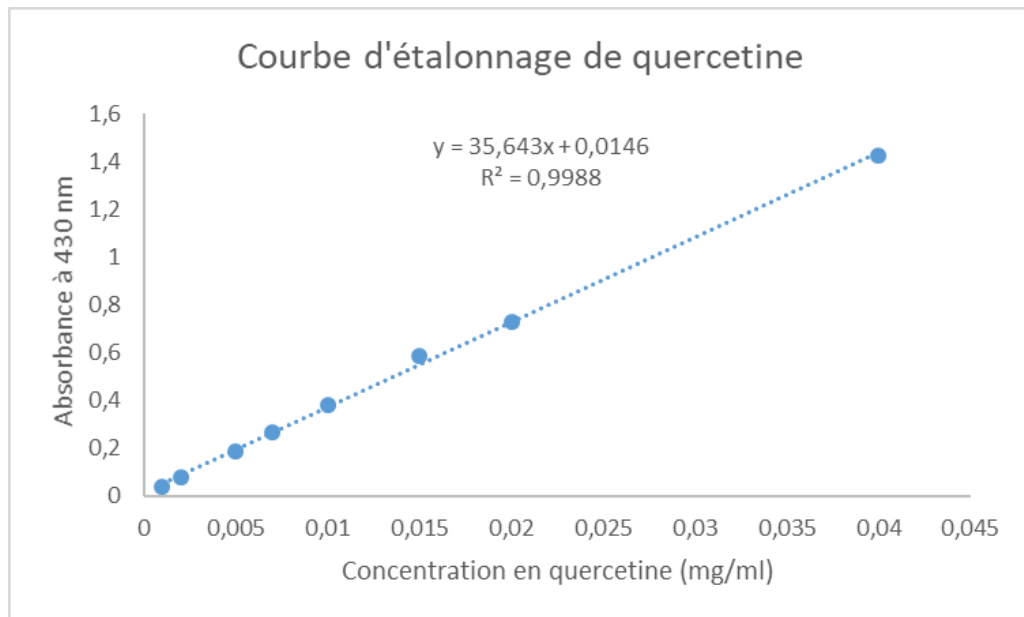


Figure IV.2 : Courbe d'étalonnage de la quercétine.

➤ **Teneur en polyphénols totaux PT :**

Les teneurs en PT mesurées sont représentées sur la **figure IV.3**. Nous montrons ici, les résultats obtenus pour des fruits cueillis pendant 2 saisons différentes 2021 et 2023 pour les 3 régions étudiées.

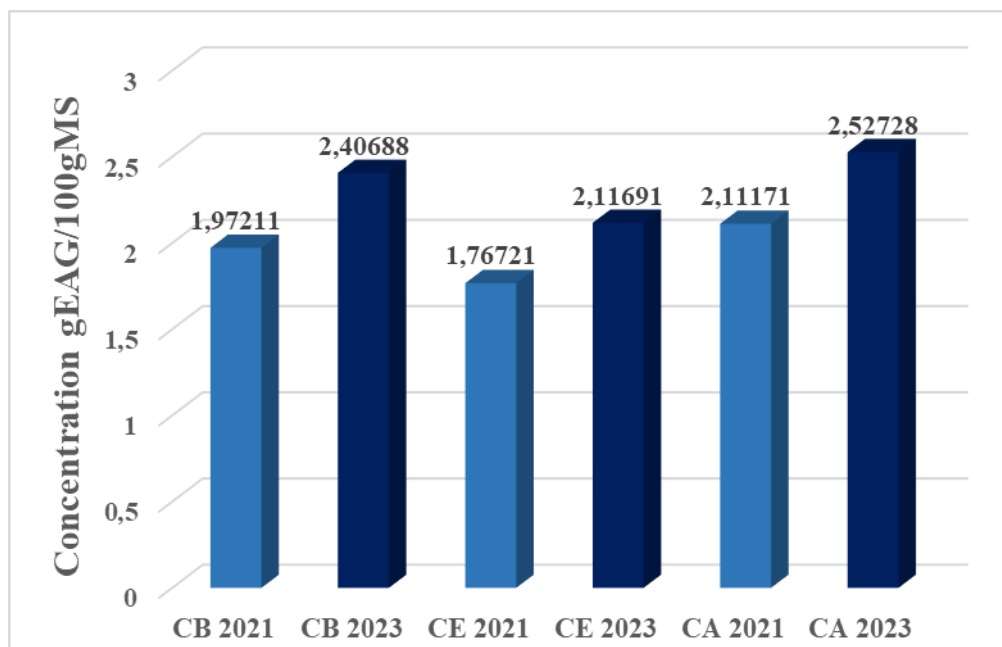


Figure IV.3 : Teneur en polyphénols totaux (g EAG /100g MS).

Chapitre IV

- **Pour la récolte de 2021 :**

D'après les résultats obtenus dans la figure ci-dessus, nous avons remarqué que les extraits d'écorce de citron provenant de trois régions Amizour (CA), Boufarik (CB) et El Kseur (CE), sont tous très riches en composés phénoliques, avec des teneurs comparables. Les teneurs moyennes en grammes équivalents d'acide gallique par 100 grammes de matière sèche (g EAG/100g MS) sont de 2.112, 1.972 et 1.767 pour les fruits CA, CB et CE, respectivement.

- **Pour la récolte de 2023 :**

Les résultats obtenus montrent que l'extrait de citron de la région d'Amizour (CA) présente la plus grande quantité de polyphénols, avec une teneur de 2.527 mg EAG/g MS, suivi de celui de l'écorce de la région de Boufarik (CB) avec une teneur de 2.407 mg EAG/g MS, et enfin celui d'El Kseur (CE) avec une teneur de 2.117 mg EAG/g MS.

- **La comparaison entre les deux :**

Les résultats des teneurs en polyphénols totaux montrent que les extraits d'écorce de citron des trois régions (Amizour, El Kseur, Boufarik) sont très riches en composés phénoliques. Ces teneurs dépendent directement de la région et de la date de la récolte. Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour la récolte de 2023 sont plus élevées que celles de la récolte de 2021.

➤ **Teneurs des flavonoïdes totaux FT :**

Les résultats obtenus de la détermination des teneurs en FT dans l'écorce de citron des trois régions CA, CB et CE sont représentés sur la figure IV.4

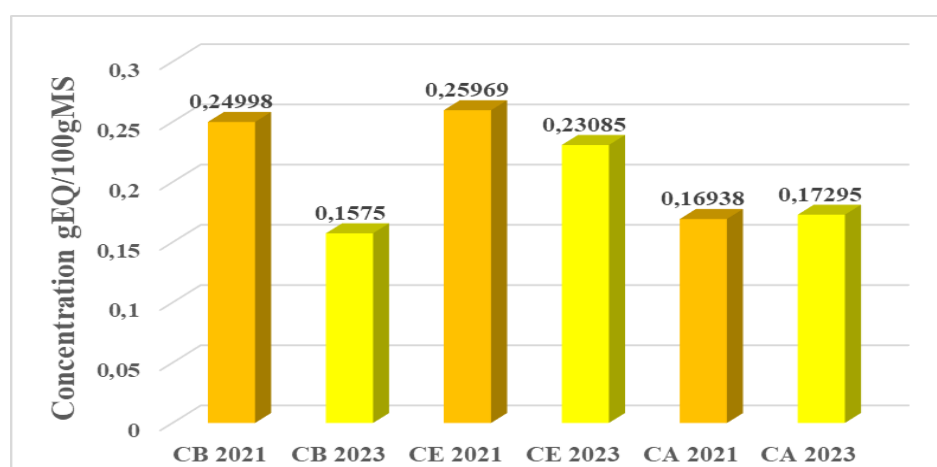


Figure IV.4 : Teneur en flavonoïdes totaux (mg EQ/100g MS).

Chapitre IV

- **Pour la récolte 2021 :**

Les résultats de la **figure IV.4** montrent que les extraits d'écorce de citron de la région CE CB ont teneurs proches e FT, avec des valeurs respectives de 0.256 et 0.250 mg EAG/g MS. Ils sont plus riches en flavonoïdes que l'extrait de la région d'Amizour (CA), qui présente une valeur de 0.169 mg EAG/g MS.

- **Pour la récolte de 2023 :**

Les teneurs en flavonoïdes dans l'écorce de citron des trois régions vont dans le même ordre, avec des valeurs respectives de 0.2308, 0.1729 et 0.1575 mg EAG/g MS.

- **La comparaison entre les deux :**

Les résultats relatifs aux teneurs en FT montrent que les concentrations en flavonoïdes dans les extraits de la région d'El Kseur et de Boufarik de la récolte de 2021 sont les plus élevées, surpassant la teneur en flavonoïdes des extraits de la région d'Amizour de la récolte de 2023 (0.23085 mg EQ/100g MS) et de Boufarik de la récolte de 2023 (0.1575 mg EQ/100g MS). En revanche, la teneur en flavonoïdes dans la région d'Amizour de la récolte de 2023 (0.173 mg EQ/100g MS) est proche de celle de la récolte de 2021 (0.169 mg EQ/100g MS).

- **Evaluation de l'activité antioxydant par piégeage de radical libre DPPH :**

Les résultats relatifs à l'évaluation de l'activité antioxydant par piégeage de radical libre DPPH sont montrés sur la **figure IV.5**.

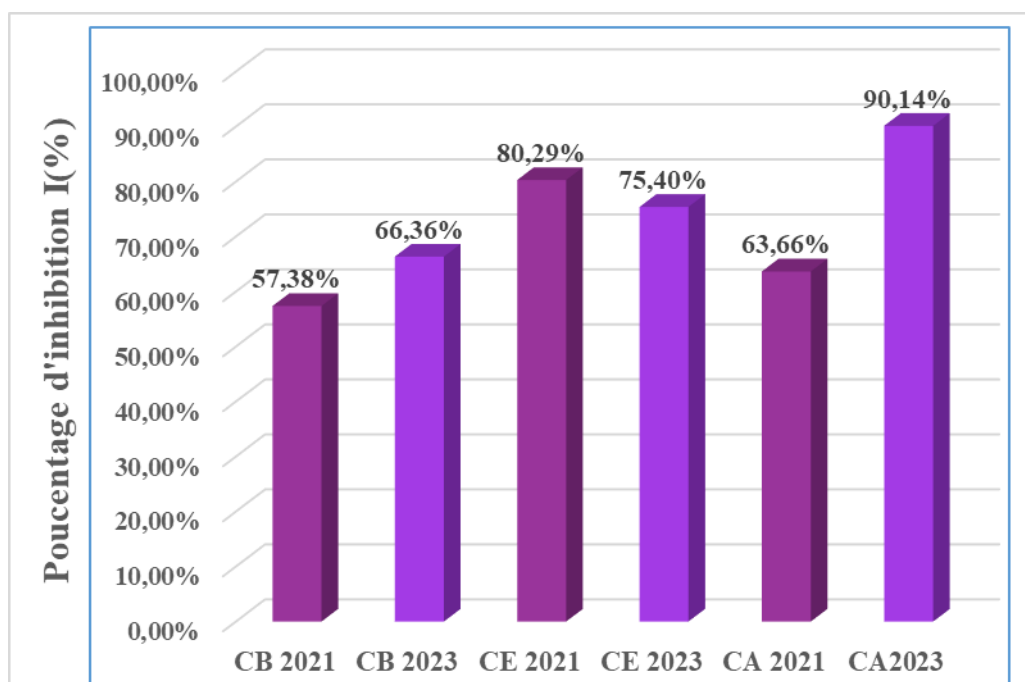


Figure IV.5. Evaluation de l'activité antioxydant par piégeage de radical libre DPPH (pourcentage d'inhibition).

- **Pour la récolte de 2021 :**

Les résultats de la **figure.IV.5** indiquent que le pourcentage d'inhibition le plus élevé est observé les extraits CE avec une valeur de 80.29%, suivi de celui des extraits CA avec un pourcentage d'inhibition de 63.66%, et enfin ceux de CB avec un pourcentage d'inhibition de 57.38%.

- **Pour la récolte de 2023 :**

Les résultats de la **figure IV.5** montrent que le pourcentage d'inhibition le plus élevé est celui de CA avec une valeur de 90.14%, puis CE avec un pourcentage d'inhibition de 75.40%, et CB avec un pourcentage d'inhibition de 66.36%.

- **La comparaison entre les deux :**

Le pourcentage d'inhibition des échantillons CA de la récolte de 2023 est le plus élevé, avec une valeur de 90.14%. Notons aussi que le pourcentage d'inhibition de CE de la récolte de 2021 (80.29%) est plus élevé que celui de la récolte de 2023 (75.40%). Les résultats de notre étude démontrent que les extraits aqueux d'écorces de citron sont très riches en polyphénols et flavonoïdes totaux. Les différences enregistrées dans les teneurs mesurées peuvent être attribuées à plusieurs facteurs qui influencent la composition chimique de l'écorce de citron, tels que la période de récolte et l'origine botanique. Différentes études ont

Chapitre IV

également dévoilé des résultats variés en termes de teneur en polyphénols, flavonoïdes et capacité d'inhibition du DPPH. Par exemple, l'étude menée par **Abd-El ghafar et al. , (2016)** a montré une teneur en polyphénols totaux de 1180.78 mg GAE/100g, une teneur en flavonoïdes de 469.08 mg EQ/100g et une capacité d'inhibition du DPPH de 50.93%. Une autre étude réalisée par **Ozgan, (2020)** a révélé une teneur en polyphénols de 14.02 mg EAG/100g, une teneur en flavonoïdes de 1043.04 mg/100g et une capacité d'inhibition du DPPH de 67.84%. Selon **Xinying et al, (2019)**, la teneur en polyphénols était de 5.66 mg EAG/100g Fw, la teneur en flavonoïdes était de 5.67 mg RE/100g Fw et la capacité d'inhibition du DPPH était de 78.55%.

Les différences observées entre les résultats des différentes études et ceux obtenus dans la présente étude peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, tels que la méthode d'extraction, le solvant d'extraction, le degré de maturation des fruits, la dégradation de la matière, ainsi que les facteurs climatiques et environnementaux. Il est important de prendre en compte ces facteurs lors de l'interprétation des résultats des études sur la composition chimique des extraits d'écorce de citron et des différents végétaux d'une façon générale.

IV.2. Préparation des émulsions :

IV.2.1. Etude de l'effet de quelques paramètres de procédé sur la stabilité des émulsions :

➤ Analyse par Bottel test :

Rappelons que le Bottel test est indiqué pour le suivi simple et continu de la stabilité des émulsions. Le volume de la phase dispersée séparée est repéré pour chaque lecture et permet donc de tirer des conclusions.

IV.2.1.1. Effet du temps et de la vitesse d'agitation :

Les résultats de l'analyse par Bottel test de la stabilité des émulsions formulées sont représentés sur les **figures IV.6 - IV.10**. Ces résultats montrent que le temps et la vitesse d'agitation optimale sont ($t = 5\text{min}$, $V=6800\text{ tr/min}$) et ($t=10\text{min}$, $V=1000\text{tr/min}$), ils correspondent aux conditions les plus favorables pour l'obtention des émulsions les plus stable.

Chapitre IV

Tableau IV.1 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos
(vitesse d'agitation = 3400 tr/min).

Le temps d'agitation (min) Le temps de repos (min)	2	5	7	10
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0.05	0	0	0
10	0.07	0.05	0.05	0
15	0.1	0.05	0.06	0
20	0.12	0.05	0.07	0
25	0.2	0.07	0.09	0.2
30	0.25	0.1	0.1	0.5
35	0.35	0.12	0.1	0.1
40	0.4	0.2	0.12	0.1
45	0.5	0.25	0.15	0.1
50	0.5	0.25	0.17	0.12
55	0.5	0.25	0.2	0.15
60	0.6	0.25	0.23	0.17
90	0.75	0.5	0.25	0.25
120	0.9	0.75	0.5	0.4
150	1	0.9	0.5	0.5
180	1	1	0.6	0.6
1440	1.4	1.4	1.1	1.1

Chapitre IV

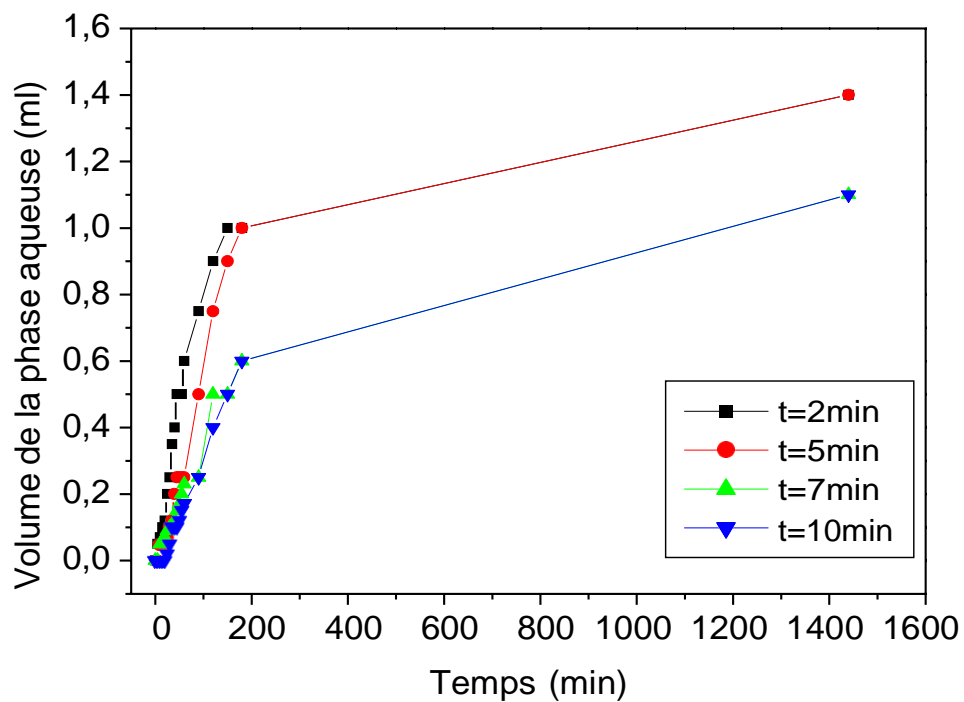


Figure IV.6 : Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique(4ml). Émulsifiante :(0.1g) poudre d'écorce de citron ; vitesse d'agitation =3400 tr/min.

Chapitre IV

Tableau IV.2 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(vitesse d'agitation = 4400 tr/min).

Le temps d'agitation (min) Le temps de repos (min)	2	5	7	10
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0	0	0	0
10	0	0	0	0
15	0	0	0	0
20	0.01	0	0	0
25	0.1	0	0	0
30	0.12	0.01	0	0
35	0.13	0.05	0	0
40	0.15	0.1	0	0
45	0.2	0.1	0	0
50	0.2	0.1	0	0
55	0.25	0.12	0	0
60	0.25	0.15	0	0
90	0.45	0.22	0	0
120	0.5	0.25	0.01	0.01
150	0.75	0.3	0.05	0.05
180	0.8	0.4	0.1	0.1
1440	1	0.7	0.2	0.2

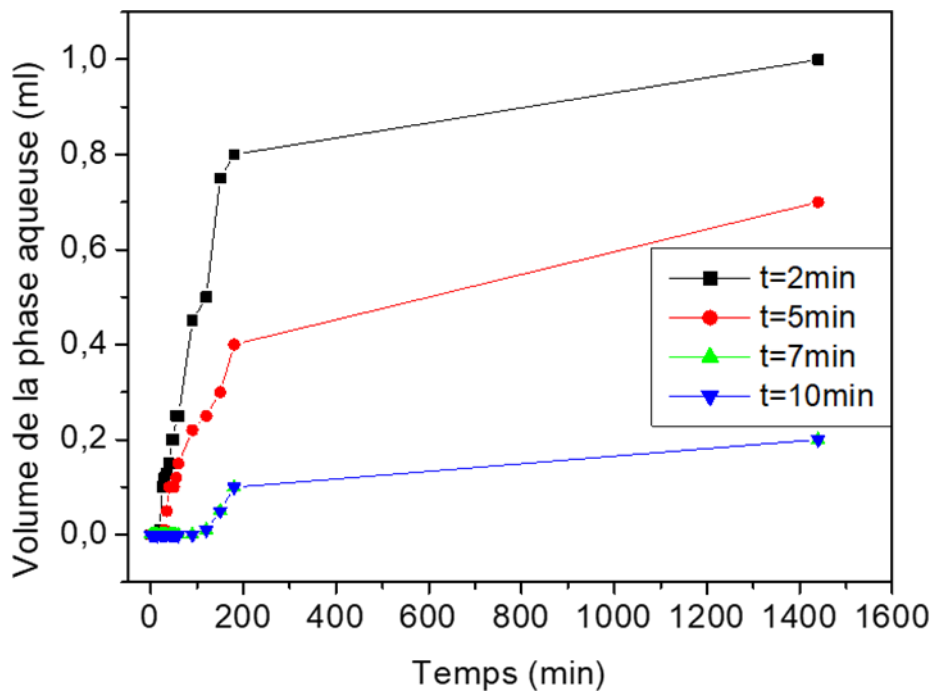


Figure IV.7 : Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique (4ml). Émulsifiante :(0.1g) poudre d'écorce de citron ; vitesse d'agitation =4400tr/min.

Chapitre IV

Tableau IV.3 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(vitesse d'agitation = 5000 tr/min).

Le temps d'agitation (min) Le temps de repos (min)	2	5	7	10
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0	0	0	0
10	0.01	0	0	0
15	0.01	0	0	0
20	0.05	0	0	0
25	0.1	0	0	0
30	0.12	0	0	0
35	0.15	0	0	0
40	0.25	0	0	0
45	0.25	0.01	0	0
50	0.25	0.01	0	0
55	0.35	0.02	0	0
60	0.4	0.02	0	0
90	0.6	0.12	0	0
120	0.8	0.12	0.05	0
150	0.9	0.2	0.05	0
180	1	0.25	0.05	0
1440	1.2	0.5	0.25	0.12

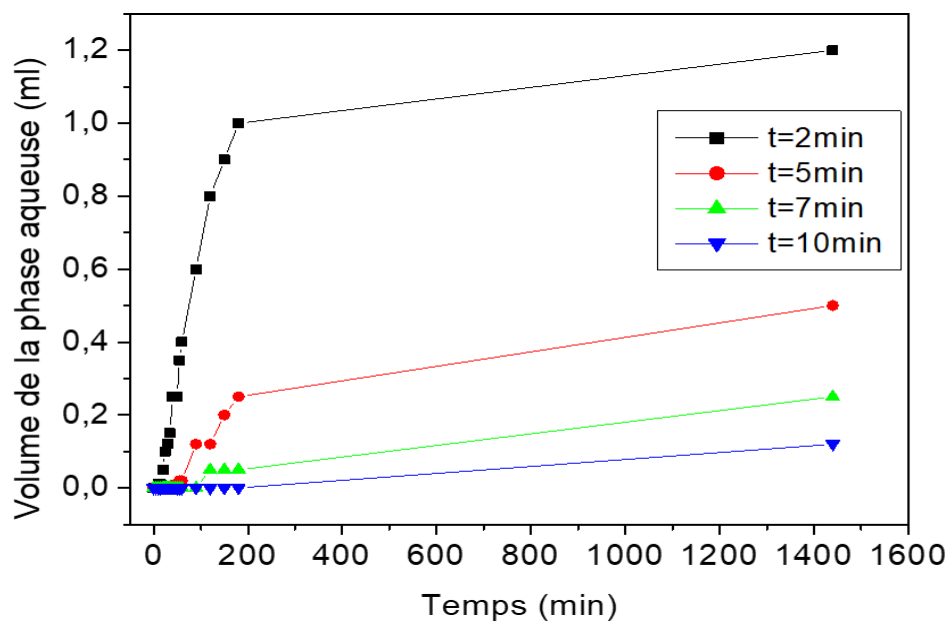


Figure IV. 8 : Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique (4ml). Émulsifiante :(0.1g) poudre d'écorce de citron; vitesse d'agitation =5000tr/min.

Chapitre IV

Tableau IV.4 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(vitesse d'agitation = 6800 tr/min).

Le temps d'agitation (min) Le temps de repos (min)	2	5	7	10
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0	0	0	0
10	0	0	0	0
15	0	0	0	0
20	0	0	0	0
25	0.01	0	0	0
30	0.01	0	0	0
35	0.05	0	0	0
40	0.05	0	0	0
45	0.07	0	0	0
50	0.1	0	0	0
55	0.1	0	0	0
60	0.12	0	0	0
90	0.15	0	0	0
120	0.2	0	0	0
150	0.25	0	0	0
180	0.25	0	0	0
1440	0.8	0	0.1	0.05

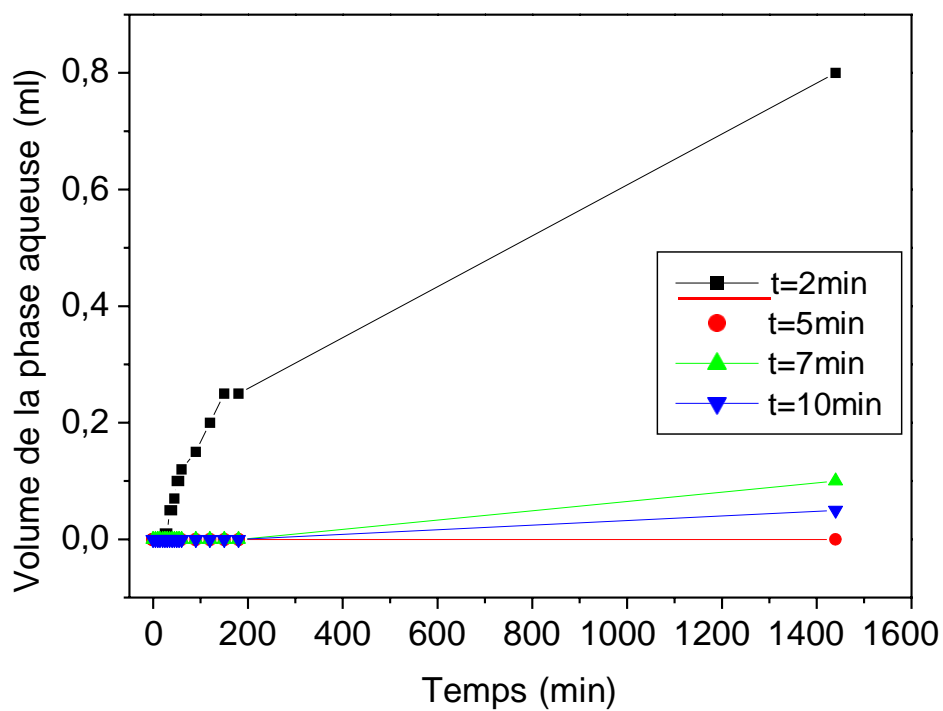


Figure IV.9 : Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique (4ml). Émulsifiante :(0.1g) poudre d'écorce de citron ; vitesse d'agitation = 6800tr/min.

Chapitre IV

Tableau IV.5 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(vitesse d'agitation = 10000 tr/min).

Le temps d'agitation (min) Le temps de repos (min)	2	5	7	10
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0	0	0	0
10	0	0	0	0
15	0	0	0	0
20	0	0	0	0
25	0	0	0	0
30	0	0	0	0
35	0	0	0	0
40	0	0	0	0
45	0	0	0	0
50	0	0	0	0
55	0	0	0	0
60	0	0	0	0
90	0	0	0	0
120	0.1	0	0.05	0
150	0.12	0	0.05	0
180	0.2	0	0.05	0
1440	0.25	0.05	0.1	0

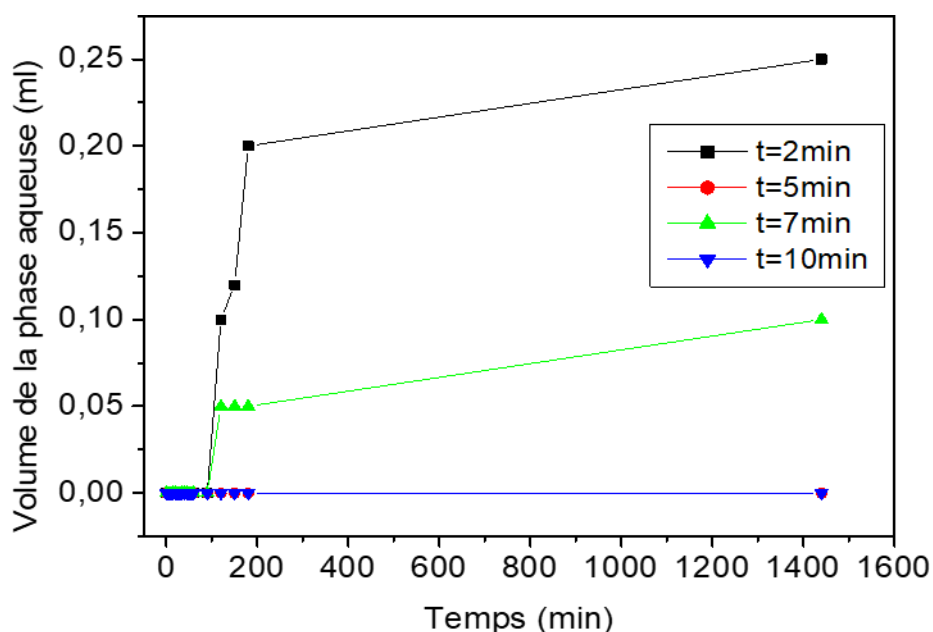


Figure IV.10 : Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique (4ml). Émulsifiante :(0.1g) poudre d'écorce de citron ; Vitesse d'agitation =10000tr/min.

➤ Analyse granulométrique

Afin de confirmer le choix du temps et la vitesse d'agitation, nous avons effectué des analyses granulométriques qui nous renseignent sur la distribution des tailles des gouttelettes dans les deux formulations présélectionnées. Les résultats sont consignés dans le **tableau IV.6**.

Tableau IV.6 : Distribution des tailles des gouttelettes pour les émulsions stables (T = 5min, V=6800 tr/min) et (T=10min, V=1000tr/min).

La vitesse (tr/min)	Temps (min)	Diamètre (μm)
6800	5	0.94
10000	10	0.704

Ces résultats indiquent que la taille des gouttelettes est plus petite ($D= 0.704\mu\text{m}$) pour la formulation obtenue avec les coédites de la vitesse = 10000tr/min et le temps = 10min. On peut donc conclure que c'est la formulation la plus stable. La vitesse et le temps d'agitation sont fixés à ces valeurs pour le reste de l'étude.

Chapitre IV

IV.2.1.2. L'effet de la quantité de stabilisant :

L'étude de l'effet de la masse de la poudre d'écorce de citron (stabilisant) sur la stabilité de l'émulsion, a été réalisé en faisant varier la masse de cette dernière (0.04g, 0.06g, 0.08g, 0.1g) avec le temps et la vitesse d'agitation fixé à 10min, 10000 tr/min respectivement. Une formulation témoin est préparée sans l'ajout du stabilisant.

Les résultats du volume de la phase aqueuse séparée en fonction de temps sont représentés dans la **figure IV.11**. Nous remarquons que l'ajout de la poudre d'écorce de citron à différentes quantités, influe directement la stabilité de l'émulsion. Les résultats indiquent une meilleure stabilité avec l'ajout d'une quantité de 0.1g de la poudre de l'écorce. La masse de la poudre donc fixé à 0.1g pour le reste de l'étude.

Tableau IV.7 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(Le temps et la vitesse d'agitation : 10 min, 10000 tr/min).

La masse de la poudre (g) Le temps de repos (min)	0.04	0.06	0.08	0.1	Témoin
	Volume de la phase aqueuse en (ml)				
0	0	0	0	0	0
5	0	0	0	0	1
10	0	0	0	0	2
15	0	0.1	0	0	2.5
20	0	0.25	0	0	2.6
25	0	0.25	0	0	2.75
30	0	0.27	0	0	2.8
35	0	0.4	0	0	2.9
40	0	0.5	0	0	2.95
45	0	0.6	0	0	3
50	0	0.7	0	0	3
55	0	0.9	0	0	3
60	0	1	0	0	3
90	0.5	1.1	0	0	3
120	0.6	1.4	0	0	3.1
150	0.7	1.5	0	0	3.2
180	0.8	1.5	0	0	3.2
1440	2.6	1.7	0.05	0	3.5

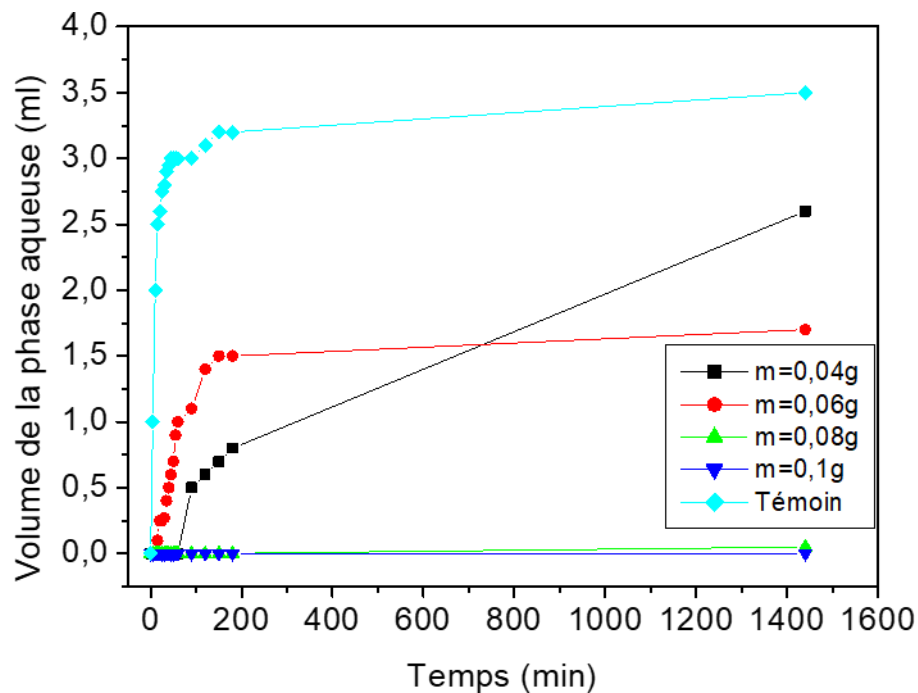


Figure IV.11 : L'évolution de la phase aqueuse séparée en fonction de temps du repos pour des masses croissantes de poudre de citron, phase externe : l'huile végétal (8ml). Phase interne : acide acétique (4ml). Temps d'agitation : 10min. la vitesse d'agitation : 1000tr/min.

IV.2.1.3. Etude l'effet de rapport volumique :

L'étude de l'effet du rapport volumique (volume phase dispersée/volume phase dispersante) sur la stabilité de l'émulsion, a été réalisé en faisant varier le rapport volumique de 0.25 à 1 avec la masse de la poudre fixée à 0.1g et le temps et la vitesse d'agitation fixés à 10min, 10000 tr/min, respectivement.

Les résultats du volume de la phase aqueuse séparée en fonction de temps sont représentés dans la **figure IV.12**. Ces résultats montrent que le rapport volumique de 0.5 offre la meilleure stabilité.

Chapitre IV

Tableau IV.8 : Le volume de la phase aqueuse en fonction du temps de repos

(Vitesse d'agitation = 10000 tr/min).

Le rapport volumique Le temps de repos (min)	0.25	0.5	0.75	0.1
	Volume de la phase aqueuse en (ml)			
0	0	0	0	0
5	0	0	0	0
10	0	0	0	0
15	0	0	0	0
20	0	0	0	0
25	0	0	0	0
30	0	0	0	0
35	0	0	0	0
40	0	0	0	0
45	0	0	0	0.05
50	0	0	0	0.1
55	0	0	0	0.1
60	0	0	0	0.12
90	0	0	0.1	0.22
120	0	0	0.12	0.25
150	0	0	0.2	0.3
180	0	0	0.25	0.4
1440	0	0	0.5	1.4

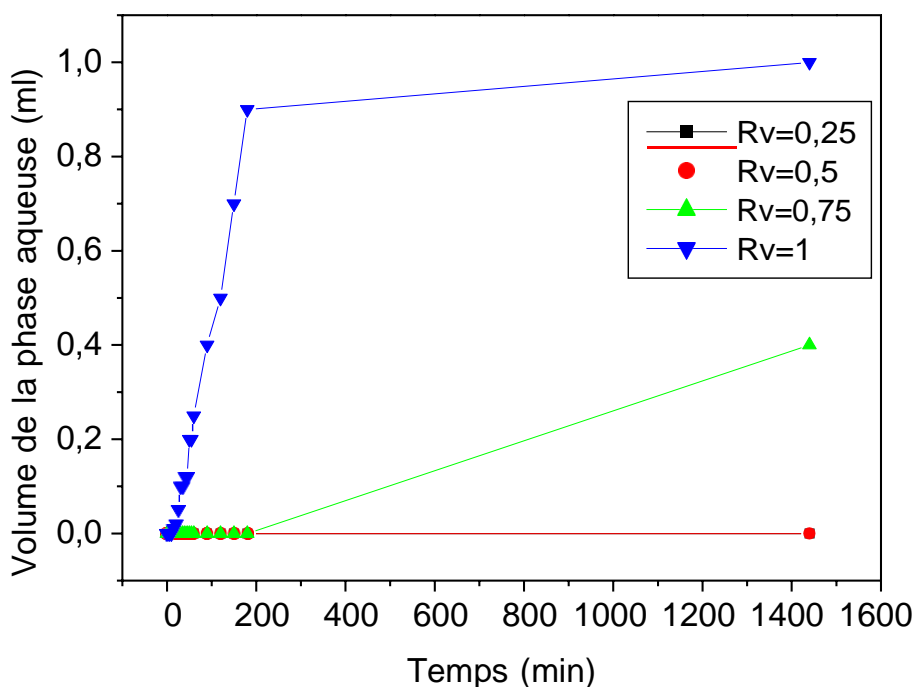


Figure IV.12. Evolution du volume de la phase aqueuse séparée en fonction du temps de repos. Phase externe : huile végétal (8ml). Phase interne : solution aqueuse d'acide acétique (4ml). Émulsifiante : 0.1g poudre d'écorce de citron ; Vitesse d'agitation = 10000tr/min.

Chapitre IV

IV.2.2. Détermination du meilleur émulsifiant :

➤ **Bottel test :**

Ce test permet de déterminer visuellement la stabilité des émulsions en utilisant trois poudres d'écorce de citron (CB, CA, CE) comme agents émulsifiants, en observant la séparation des phases au fil du temps. Les résultats sont consignés dans le **Tableau IV.9**.

Tableau IV.9 : Volumes de la phase aqueuse et huileuse séparées en (%) après 24h du temps de repos. Phase interne : acide acétique (4ml). Phase externe : huile végétale (8ml). Vitesse d'agitation= 1000tr/min. temps d'agitation= 10min. masse de poudre (0.1g).

Agent émulsifiant	CA	CE	CB
Volume de la phase aqueuse(%)	2.77	0	0
Volume de la phase huileuse(%)	97.23	100	100

D'après ces résultats nous pouvons conclure que l'écorce de citron de la région de Amizour (CA) assure mois de stabilité que les 2 autres (CB et CE) dot les émulsions montrent une stabilité apparente parfaite.

➤ **Analyse granulométrique :**

Afin de confirmer le choix du meilleur émulsifiant, nous avons effectué l'analyse granulométrique pour l'écorce CB et CE, qui nous à permet d'obtenir la distribution des tailles gouttelettes des deux formulations.

Les résultats représentés dans le **tableau IV.10** illustrent les différentes distributions de la taille pour les émulsions obtenues avec 2 poudres d'écorce. Ces résultats montrent que c'est le stabilisant CB qui offre la meilleure formulation, puisque les tailles des gouttelettes de la phase dispersée sont plus petites.

Chapitre IV

Tableau IV.10 : Distribution de tailles des gouttelettes pour les deux poudres.

Pourcentage des Gouttelettes Poudre	10	50	90
	Diamètre		
CE	0.127	0.780	1.682
CB	0.103	0.666	1.444

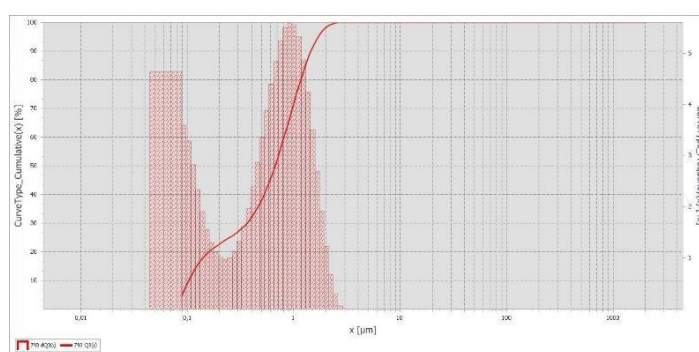


Figure IV.13. Distribution des tailles des gouttelettes de l'émulsion à base de la poudre de citron (CB).

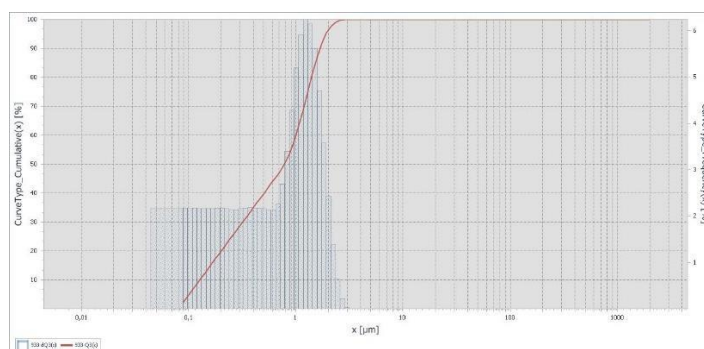


Figure IV.14. Distribution des tailles des gouttelettes de l'émulsion à base de la poudre de citron (CE).

Conclusion générale

Conclusion Générale

L'objectif de ce travail est d'étudier la stabilisation d'une sauce vinaigrette par incorporation de la poudre d'écorce de citron jaune utilisé pour ses propriétés émulsifiantes et antioxydants.

Pour ce faire, nous avons commencé par l'évaluation des propriétés antioxydants de l'écorce de citron a été réalisée sur trois variétés de citron provenant de 3 régions différentes Amizour, El kenseur et Boufarik.

Les résultats obtenus ont montré que les trois extraits aqueux d'écorce de citron des différentes régions et deux récoltes (202 et 2023) sont très riches en polyphénols, flavonoïdes qui possèdent un bon effet antioxydants. Les écorces du citron de région d'Amizour sont les plus riches en polyphénols et flavonoïdes.

Il existe plusieurs paramètres qui influencent la stabilité de l'émulsion type vinaigrette. Ces paramètres sont : la vitesse et le temps d'agitation, la masse de la poudre d'écorce de citron et le rapport volumique

La meilleure formulation du point de vu stabilité (100%) est obtenue avec les paramètres optimums suivants : une vitesse d'agitation 10000 tr/min, un temps d'agitation de 10min avec une quantité de poudre d'écorces de 0.1g et un rapport volumique (VE/VH) de 0.5. Cette stabilité est établie durant 1 mois.

C'est l'écorce de citron de Boufarik qui permis l'obtention des émulsions les plus stables, ce qui est probablement du a une plus forte teneur en pectine.

Enfin, les résultats de ce travail ont montré l'intérêt avéré de l'incorporation des écorces de citron dans la stabilisation des sauces vinaigrettes. Cette étude mérite d'être pour suivie par d'autres travaux portant sur la fabrication d'une vinaigrette saine à plus grande échelle avec une formule qui répond aux exigences des consommateurs et qui intéresse économiquement l'entreprise productrice.

Références

Les références

A

AL Jabri. N, Hossain. M, (2014), Comparative chemical composition and antimicrobial activity study of essential oils from two imported lemon fruits samples against pathogenic bacteria, science directe.3.

AL Jabri. N, Hossain. M, (2018), Chemical composition and antimicrobial potency of locally grown lemon essential oil against selected bacterial strains.

Anton. N, Vandamme. T. F, (2011), Nano-emulsions and Micro-emulsions: Clarifications of the Critical Differences. *Pharmaceutical Research* 28, pp: 978-985.

Abd-el ghfar. M, Ibrahim. H, Hassan. I, Abdel fattah. A, Mahmoud. M, (2016) Peels of lemon and orange as value-added ingrédients : chemical and antioxidant properties. *Int J Curr Microbiol App Sci* 5(12):777–794, link, <http://dx.doi.org/10.20546/ijcmas.2016.512.089>.

Abdelbassit. B, (2017), Estimation de distribution de tailles de particules par techniques d'inférence bayésienne, Thèse de doctorant, université d'Orléans.

B

Becher. G, (2003), Overview of dietary flavonoids : Nomenclature, Occurrence and Intake. *American society for Nutritional sciences* 133(10),3248-3254.

Bouyer. E, Mekhloufi. M, Rosilio. V, Grossiord. J, Agnely. F, (2012). Proteins, polysaccharides, and their complexes used as stabilizers for emulsions: Alternatives to synthetic surfactants in the pharmaceutical field? *International journal of pharmaceutics*, 436 (1-2), 359-378.

Benderrag. A, (2017). Contribution à l'étude de la stabilité des émulsions de bitume et extraction par membrane liquide émulsionnée, thèse de Doctorat en Génie des Matériaux, Université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf USTOMB, Algérie.

Bancroft. W, 1913, The theory of emulsification. *J. Phys. Chem*, Volume 17, pp. 501-519.

C

Cristina. G, (2012), Valorisation des fruits et des sous-produits de l'industrie de transformation des fruits par extraction des composés bioactifs. Thèse en cotutelle internationale. Université d'Orléans et de l'université « Vasile Alecsandri » de Bacău.

Références

Cano. A, medina, Dermejo. A, (2008), bioactive com-pounds in different citrus varieties, Discrimination among cultivar, Journal of Food composition and analysis.21(5) :377-38.

Cintrat. R, Kernen. L, (2011), Les tensioactifs et agrégats en solution, université Nice Sophia Antipolis.

Cansell. M, (2008), Libération contrôlée du magnésium par des émulsions doubles : Impact des paramètres de formulation, thèse de Doctorat en Physico-Chimie de la matière condensée, université Bordeaux 1.

D

Didi-aicha.O et yakoubi. S (2021), Extraction analyse et encapsulation d'huile essentielle de déchets de citron (citrus limon) et déchets d'orange (citrus sinensis), en vue de leurs valorisation, mémoire de master, université les frères montouri de Constantine.

Doumeix. O, (2011), Les émulsion, Opérations unitaires en Génie Biologique.21.

F

FAOSTAT, (2020), Food and Agriculture Organization of the United Nations. www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize.

FAOSTAT, (2021), Ministère de l'Agriculture et du Développement rural, Statistiques Agricoles 2019 de <https://www.minagri.dz/publication/statistiques-agricoles-2019>.

Friberg. S.E, Venable. R.L., (1983), Microemulsions. In: Becher, P. (Ed.), Encyclopedia of Emulsion Technology, vol. 1. Marcel Dekker, New York, pp. 287–336.

Fameux. A.L, Arnould. A, Houinsou Houssou. B, Douliez. J.P, 2013, Tensioactifs, mousses et émulsions, Emulsions alimentaires et foisonnement. Lavoisier.

Fantou. C, 2018, Synthèse et caractérisation de dérivés amphiphiles du xanthane : Application à la stabilisation d'émulsions, Thèse de doctorant, l'Université Le Havre Normandie.

FKIH. S, (2007), Etude de l'effet de l'irradiation ionisante sur certains polyphénols alimentaires et résidus pesticides.

Floegel. A, Kim. D.O, Chung. S.J, Koo S.I, Chun. O.K, (2011), Comparison of abts/dpph assays to measure antioxidant capacity in popular antioxidant-rich us foods, Journal of food composition and analysis, 24, 1043–1048.

G

Références

Gonzalez. M, Dominguez-perles. R, Moreno. D.A, et Garcia-viguera. C, (2010), Natural bioactive compounds of citrus limon for Food and health. Journal of pharmacoeutical and Biomedical Analysis.

Gauthier. V, (2019), La viscoélasticité des milieux complexes et leurs interactions avec la peau, tèse de Doctorat en Ginie Electronique, Université de CERGY, Pontoise.

Gadaw. A, Joubert. C, Hansmann. F, (1997), Comparaison of the antioxidant activity of aspalathin with that of other plant phenols of rooibos tea (*aspalathus linearis*), a tocopherol, BHT, and BHA. Journal of Agricultural Food Chemistry. 45: 632-638.

Gouda. M, Shisi. Z, Yuanyuan. L, Sheng. L, Ma. M, (2017), Effects of four natural antioxidant phenyl terpenes on emulsifying and rheological properties of egg yolk. LWT - Food Science and Technology. 83, 59 – 67.

H

Hallal. Z, (2011), Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et anti-oxydantes de certaines huiles essentielles extraites des citrus, Application sur la sardine (*sardina pilchardus*), Mémoire de magister spécialité biologie, université de Tizi-Ouzou.

Himed. L, (2018), Évaluation des activités biologique des huiles essentielles du citron (*citrus limon*) : encapsulation et application comme agent conservateur à la margarine allégée, thèse de doctorant, université frères montouri Constantine 1.

J

Jouanny Bouyer. E, (2011), Stabilisation d'émulsions d'intérêt pharmaceutique par des protéines et des polysaccharides : exemples de la β -lactoglobuline, de la gomme arabique et de la gomme xanthane, thèse de Doctorat en Pharmacotechnie et Biopharmacie, université Paris sud 11. France.

K

Kronberg. B, (2014), Surface chemistry of surfactants and polymers, SP Technical Research Institute of Sweden, John Wiley and Sons, Ltd, United Kingdom.

L

Ladaniya. M, 2008, Citrus fruit : biology, technology and évaluation. 1^{ère} Edition. Academic press.

Références

Lignel. S, 2014, Emulsion eau-dans-huile générées par un procédé microfluidique. Contribution à l'étude de la congélation de l'eau dispersée en émulsion. Thèse de Doctorat en Génie des Procédés Industriels et Développement Durable, université de Technologie et Compiègne.

Lignel. S, 2014, Emulsion eau-dans-huile générées par un procédé microfluidique. Contribution à l'étude de la congélation de l'eau dispersée en émulsion. Thèse de Doctorat en Génie des Procédés Industriels et Développement Durable, université de Technologie et Compiègne.

M

Manach. C, Scalbert. A, Morand. C, Rémésy. C, and Jimenez. L, 2004, Polyphénols. Food sources and bioavailability. *Am. J. Clin. Nutr.* 79 : 47-727

Maqbool. Z, Khalid. W, Taimoor. H, Koraqi. H, Javaid. Z, Sadeq. K, Laila. A, AL-shuraym, Bader. D M D, Almarzuq. M, Afifi. M et Al-farga. A, (2023), Citrus Waste as Source of Bioactive Compounds: Extraction and Utilization in Health and Food Industry <https://doi.org/10.3390/plants9010119>

Mahmoud. M, Rene. J, Bautista. H, Mansur. A, Sandhu, and Omnia. E, Hussien, (2019), Effets bénéfiques des flavonoïdes d'agrumes sur la santé cardiovasculaire et métabolique, [link https://doi.org/10.1155/2019/5484138.](https://doi.org/10.1155/2019/5484138)

MacClements. D.J, (2016), Food émulsions principales, practices and techniques third edition.

McClements. D.J, (2011), Edible nanoemulsions: fabrication, properties, and functional performance. *Soft Matter.* 7, 2297–2316.

Mansouri. A, Embarek. G, Kokkalou. E et Kefalas. P, (2005), Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food chemistry* 89:411-420.

Mariel. C, et Lopez. H, (2020), Food Reviews International. Food Vegetable and Fruit Waste Used in Meat Products.

O

Ozcan. M, GHafoor. K, ALjuhaimi. F, Uslu. N, Babiker. EL, Ahmad. I, Almusallam. I, (2020), Influence of drying techniques on bioactive properties, phenolic compounds and fatty

Références

acid compositions of dried lemon and orange peel powders. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04524-0>.

P

Patsalou. M, Menikea. K, Makri. E, Vasquez. M, Drouza. CH, Koutinas. M, (2017), Development of a citrus peel-based biorefinery strategy for the production of succinic acid, Journal of Cleaner Production.

Planetoscope, (2012), La planète vivante, production mondiale de citrons et limes, disponible sur L'URL. <https://www.planetoscope.com/fruits-legumes/1491-production-mondiale-de-citrons-et-limes.html>.

Patel. J. K et Pathak. Y.V, (2021), emerging technologies for nanoparticle manufacturing. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-50703-9>.

Pierat. N, 2010, Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation, thèse de Doctorat en Pharmacie, université Henri Poincare – Nancy1, France.

Protat. M, (2016), Formation d'émulsions multiples stimulables en une seule étape d'émulsification : effet du sel et évolution vers des architectures biocompatibles, thèse de Doctorat en Physique et Chimie des Matériaux, Université Pierre et Marie Curie, France.

R

Rodriguez Rojas. M.P, (2007), Emulsification en cuve agitée, thèse de Doctorat en Génie de Procédés et de l'Environnement, université l'institut national polytechnique de Toulouse.

Rondel. C, 2009, Synthèses et propriétés de mélanges de nouvelles molécules polyfonctionnelles lipopeptidiques tensioactives, thèse de Doctorat en Sciences des Agroressources, université l'institut national polytechnique de Toulouse.

S

Sania. R, Syeda Mona. H, Shahzad. S, Syed. Kh, Nageen, Sumaira. P, Maryam M and Muhammad. F, (2020), Biological attributes of lemon : un bilan. Journal of addition medicine end therapeutic science, 2455-3484.

Szczykutowicz. K.M, Szopa. A, Ekiert. H, (2020), Citrus limon (Lemon) Phenomenon-A Review of the Chemistry, Pharmacological Properties, Applications in the Modern

Références

Pharmaceutical, Food, and Cosmetics Industries, and Biotechnological Studies. *Plants* 9 : 119.

Link : <https://bit.ly/2LPrhn5>.

Solans. C, Pons. R, Kunieda. H, (1997). Overview of basic aspects of microemulsions, *Industrial Applications of Microemulsions*, vol, 66. Marcel Dekker, New York, pp. 1–19.

Stauffer. F, 2014, La préparation d'émulsions doubles par un système microfluidique, thèse de Doctorat en Pharmacie, université de Lorraine.

Skerget. M, Kotnik. P, Hadolin. M, Hras. A.R, et Simonic. M, Knez. Z, (2005), Phenols, proanthocyanidins, flavones and flavonols in some plant materials and their antioxidant activities, *Food chem*, 89: 191-198.

Saidani. M, Wassem. W, Ouerghemmi. I, Jeghama. S, Ben ndjima. Y, Hamdaoui. GH, Zemnib. H, Marzouka. B, (2010). Juice components and antioxidant capacity of four Tunisian Citrus varieties, Wiley Online Library.

Sarati, Behzad. S, et Keikhosro. K, (2018), Resources, conservation et recycling, Citrus processing wastes : environmental impact, recent advances, and future perspectives in total valorization.

Sulieman. A, My khodari. K, Salih. Z.A, (2013), Extraction of pectin from lemon and orange fruits peels and its utilization in jam making. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, 3(5), 81-84.

T

Terescenco. D, (2018), Evaluation et compréhension de la structure de l'émulsifiant et son impact sur les propriétés physiques, physico-chimiques et sensorielles d'émulsions cosmétiques, thèse de Doctorat en chimie, université Le Havre Normandie. France.

Tadros. T. F, (2009), Emulsion science and technology, Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA, Weinheim.

Tadros. T, Izquierdo. P, Esquena. J, Solans. C, (2004), Formation and stability of nano-emulsions, *Advances in colloid and interface science*, Vol 108-109, pp. 303-318.

W

Wooster. T.J, Golding. M, Sanguansri. P, (2008), Impact of oil type on nanoemulsion formation and Ostwald ripening stability. *Langmuir* 24, 12758–12765.

Références

X

Xinying. D, Yan Hua. B, Yi Lia. B, Zhiqin. Z, (2019). The maturity degree, phenolic compounds and antioxidant activity of Eureka lemon [Citrus limon (L.) Burm. f.]: A negative correlation between total phenolic content, antioxidant capacity and soluble solid content <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.08.036>.

Y

Yahiaoui. M, 2019, Contribution à l'étude électrochimique de quelques Composés organiques dérivés d'hydrazines Synthèse et caractérisation, Thèse de doctorat, Université Mostaganem.

Résumé

Les émulsions sont omniprésentes dans les domaines de l'industrie alimentaire, cosmétique et chimique, ou encore dans le domaine pharmaceutique. La vinaigrette est une émulsion constituée d'un mélange d'huile, acide acétique. Le mélange n'est pas stable, alors il est donc indispensable d'ajouter des émulsifiants pour assurer la stabilisation dans le temps. Le présent travail s'inscrit ainsi dans la formulation d'une émulsion de la vinaigrette à base de la poudre d'écorce de citron, cette étude est dédiée pour la valorisation des sous-produits des fruits.

Le but de travail est de montrer l'effet de l'émulsifiante poudre d'écorce de citron de différents régions à différentes concentrations massiques (0.04, 0.06, 0.08 et 0.1g) sur la stabilité de d'une émulsion (vinaigrette). Une étude de stabilité physique suivie par l'observation microscopique des émulsions préparées sont effectuées pendant un (1) mois pour déterminer la stabilité de l'émulsion. Les résultats d'étude montrent que la stabilité de l'émulsion augmente avec la concentration de la poudre d'écorce de citron et la diminution des tailles des gouttelettes.

Mots clés : émulsion, stabilité, émulsifiante, poudre d'écorce de citron.

Abstract

Emulsions are ubiquitous in the fields of food, cosmetic, chemical, and pharmaceutical industries. Vinaigrette is an emulsion made up of a mixture of oil and acetic acid. The mixture is not stable, so it is essential to add emulsifiers to ensure stabilization over time. This work focuses on formulating a vinaigrette emulsion using lemon peel powder, dedicated to the valorization of fruit by-products.

The objective of this study is to demonstrate the effect of lemon peel powder emulsifier from different regions at varying mass concentrations (0.04, 0.06, 0.08, and 0.1g) on the stability of an emulsion (vinaigrette). A physical stability study followed by microscopic observation of the prepared emulsions was conducted for one month to determine emulsion stability. The results show that emulsion stability increases with the concentration of lemon peel powder and the decrease in droplet sizes.

Keywords: emulsion, stability, emulsifier, lemon peel powder.