

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université de Blida 1



Faculté des sciences de la Nature et de la Vie

Département d'Agro-alimentaire

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention

Du diplôme de Master en

Spécialité : Agro-alimentaire et Contrôle de qualité

Filière : Science Alimentaire

Domaine : Science de la Nature et de la vie

Valorisation des sous-produits d'agrumes

Présenté par

Aissani Hayat

Djezzar Meriem

Devant le jury :

Mr KADRI .B	MCB	Université Blida 1	Président
Mr BOUGHERRA .F	MCB	Université Blida 1	Examineur
Mr AMALOU .D	MAA	Université Blida 1	Promoteur

Année Universitaire 2018-2019

Remerciements

On tient tout d'abord à remercier ALLAH le tout puissant de mettre dans notre chemin des gens généreux et serviables, de nous enlever tout les obstacles et de nous donner le courage pour réaliser ce travail.

Nos sincères remerciements vont premièrement à notre promoteur Mr AMALOU pour l'attention qu'il a porté à la conception et à la réalisation de notre travail, et dont l'aide et la disponibilité nous ont été très précieuses.

Nos vifs remerciements à Monsieur KADRI pour avoir accepté de présider notre jury, et à Monsieur BOUGHERRA d'accepter d'examiner et de faire partie de notre jury.

Nous tenons aussi à remercier toutes les personnes qui de loin ou de près ont contribué à la réalisation de ce travail, il s'agit de :

- Monsieur Letlout Hamza pharmacien spécialiste en hydrologie bromatologie et responsable de laboratoire d'hygiène de la Wilaya de Tipaza de nous accepter dans ses laboratoires.
- Mm Merzougui Hana spécialiste en Bromatologie et Hydrobiologie de nous accueillir et nous guider pendant notre stage.
- Monsieur Meklati Fawzi Rostane maître de recherches B à CRAPC, Bousmail wilaya de Tipaza.
- M^{lle} Guici El Kouacheur Khadija spécialiste en biochimie pour nous avoir aider tout au long des analyses effectuées dans laboratoire d'hygiène de wilaya de Tipaza.
- Monsieur Djeddar Redha maître assistant A à l'ENV El harach wilaya d'Alger.

Aissani Hayat et Djeddar Meriem

Dédicace

Je dédie ce travail à :

- ♥ Moi-même pour mon courage.
- ♥ Mes parents plus spécialement ma très chère maman
- ♥ A mes très cher frères Oussama Amine Marouan et plus spécialement à Hamada pour son soutien, son aide et sa présence.
- ♥ A mes amies de cœur Bouchra et Shayma
- ♥ A ma cousine et sœur Lydia.
- ♥ A toute ma famille, mes amis et collègues.

Aissani Hayat

Dédicace

*Je Dédie ce travail à :
Mes chers parents et ma chère grand-mère
Mes sœurs et mes frères ;*

*Pour leur amour, soutien et encouragements
durant toutes mes années D'études, que Dieu
les protège.*

Ma collègue de travail tous mes amis (es)

*À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin
pour pouvoir réaliser ce travail.*

DJEZZAR MERIEM

Résumé :

Notre étude a porté sur l'extraction et la caractérisation de l'huile des pépins de mandarine *Citrus reticulata* par macération en utilisant le solvant éther diéthylique. Les résultats obtenus de cette extraction a révélée un rendement de 17%. L'huile ainsi obtenue a présenté des caractéristiques physico-chimiques permettant l'utilisation de cette huile en alimentation et industrie de cosmétique (IS : 199,155 mg KOH/g d'huile).

La détermination du profil en acides gras (AG) a révélé la prédominance des acides gras insaturés (65.59%) par rapport aux acides gras saturés (22.03%). Le calcul de l'indice d'insaturation est de 2,98% qualifiant notre huile d'insaturé. Cette insaturation est attribuée à l'acide linoléique (39,94%) et à l'acide oléique de 25,65%. Les acides gras saturés (AGS) les plus dominant étaient l'acide palmitique dont la teneur est de 16,31%, l'acide stéarique représentant 5,54% et l'acide arachidique (0,46%). Le test rancimat a montré que notre huile présente un temps d'induction de 12,91h à une température de 25°C et de 12,5h à une température de 15°C qui est synonyme d'huile facilement oxydable.

Mots clés : mandarine (*Citrus reticulata*), pépins, huile, extraction, valorisation.

Abstract

Our study related to the extraction and its characterization of the oil of the pips of tangerine *Citrus reticulata*. The results of this extraction revealed an output of 17%. Oil thus obtained showed physicochemical characteristics allowing the use of this oil in food and industry of cosmetic (IS: 199.155 Mg KOH/g of oil).

The determination of the AG profile revealed the prevalence of the unsaturated fatty-acids (65.59%) compared to the saturated fatty-acids (22.03%). Index of non-saturation calculates is of 2.98% qualifying our unsaturated oil. This non-saturation is allotted to the linoleic acid (39.94%) and the oleic acid of 25.65%. The saturated fatty-acids (AGS) more dominating were the palmitic acid whose content is of 16.31%, the stearic acid accounting for 5.54% and the acid arachidic (0.46%). The test rancimat showed that our oil presents a time of induction of 12,91h to a temperature of 25°C and 12,5h to a temperature of 15°C which is synonymous with easily oxidizable oil.

Keywords: tangerine (*Citrus reticulata*), pips, oil, extraction, valorization.

ملخص

دراستنا ركزت على استخراج وتوصيف زيت بذور اليوسفي النتائج التي تم الحصول عليها من هذا الاستخلاص كشف عن عائد يقدر ب 17 ٪. الزيت المتحصل عليه قدم خصائص فيزيوكيميائية تسمح باستخدام هذا الزيت في الصناعة الغذائية و صناعة مستحضرات التجميل.

(IS : 199,155 mg KOH/g d'huile).

تحديد الاحماض الدهنية كشف عن غلبة الاحماض الدهنية غير المشبعة (65.59 ٪) مقارنة مع الاحماض الدهنية المشبعة (22.03 ٪). بينما حساب مؤشر عدم التشبع هو 2.98 ٪. ويعود هذا إلى حمض اللينوليك (39.94 ٪) وحمض الأوليك (25.65 ٪). الاحماض الدهنية المشبعة المهيمنة المحتوى حمض النخيل من 16.31 ٪ و حمض الستياريك يمثل 5.54 ٪ و حمض الأراشيد (0.46 ٪).

وأظهر اختبار rancimat ان الزيت لديه وقت التعريفي يقدر ب 12.91 ساعة في درجة حرارة 25 درجة مئوية

بينما هي 12.5 ساعة في درجة حرارة 15 درجة مئوية مما يعني انه زيت قابل للاكسدة بسهولة.

الكلمات المفتاحية: اليوسفي (الحمضيات) ، البذور ، الزيت ، الاستخلاص ، تثمين.

Liste des abréviations

AG : acide gras

AGE : acides gras essentiels

AGI : acides gras insaturé

AGMI : acides gras mono-insaturés

AGS : acide gras saturé

CPG : chromatographie phase gazeuse

IE : indice d'ester

IS : indice de saponification

ml : millilitre

mm : Millimètre

MT : million de tonne

nm : Nanomètre

R : Indice de réfraction

Rdt : rendement

Ca : calcium

Cu : cuivre

Fe : fer

K : potassium

MAT : matière azoté totale

Mg : magnésium

MG : matière grasse

MM : matière minérale

MS : matière sèche

Na : sodium

P : phosphore

LDL : Lipoprotéine de basse densité

HDL : lipoprotéines d'une haute densité

Liste des tableaux

Tableau 1 : production mondiale d'agrumes entre 2015 et 2016	6
Tableau 2 : Calculs des quatre catégories d'agrumes.....	6
Tableau 3 : Les principaux producteurs d'oranges en millions de tonnes avec la place de l'Algérie en 2013	8
Tableau 4 : Production d'orange en Algérie.....	9
Tableau 5 : Patrimoine Agrumicole détenu par l'institut technique de l'arboriculture fruitière et viticole.....	10
Tableau 6 : caractères externes de la mandarine commune <i>Citrus reticulata</i>	15
Tableau 7 : caractères interne de la mandarine commune <i>Citrus reticulata</i>	16
Tableau 8 : la composition des agrumes et de leurs produits le plus courant (le jus) pour 100g de matière comestible.....	19
Tableau 9 : Composition biochimique moyenne du mandarine	20
Tableau 10 : Caractéristiques descriptifs de l'arbre de mandarine de <i>Citrus reticulata</i>	28
Tableau 11 : caractéristiques descriptifs de fruit de mandarine <i>Citrus reticulata</i>	29
Tableau 12 : caractéristiques descriptifs de jus de mandarine <i>Citrus reticulata</i>	30
Tableau 13 : La description du fruit de mandarine.....	50
Tableau 14 : Rendement du fruit en produit et sous-produit	51
Tableau 15 : composition biochimique de pépins de mandarine	52
Tableau 16 : Teneur en protéine de quelques aliments.....	53
Tableau 17 : Paramètres physico-chimiques de l'huile de <i>Citrus reticulata</i>	54
Tableau 18 : Densités de quelques huiles végétales	55
Tableau 19 : Indices de réfraction de quelques huiles	56
Tableau 20 : Indices d'acide de quelques huiles végétales.....	57
Tableau 21 : Indices de saponification de différentes huiles végétales	59
Tableau 22 : : Composition en acides gras de l'huile de graines de <i>Citrus reticulata</i> exprimée en %des acides gras totaux.....	60
Tableau 23 : comparaison du profil en acides gras de l'huile de pépins de mandarine aux principales huiles végétales consommés en Algérie	63

Liste des figures

Figure 1 : Principales régions productrices d'agrumes pour le marché du fruit frais et la transformation.....	4
Figure 2 : Production d'agrumes dans le monde.....	5
Figure 3 : Evolution de la production mondiale par variétés d'agrumes	7
Figure 4 : la répartition des zones agrumicoles en Algérie	10
Figure 5 : Diversité pomologique des fruits d'agrumes	11
Figure 6 : Caractéristiques morphologiques d'un <i>citrus</i>	13
Figure 7 : Le cycle végétatif des agrumes.....	17
Figure 8 : diagramme de transformation des agrumes.....	22
Figure 9 : un arbre portant les fruits Le mandarinier.....	29
Figure 10 : fruit de mandarine coupé au milieu.....	30
Figure 11 : jus pur de mandarine	31
Figure 12 : la réception de la mandarine.....	31
Figure 13 : l'extraction de jus.....	32
Figure 14 : la récupération et séchage de pépins	32
Figure 15 : pesage des pépins broyés	32
Figure 16 : macération.....	34
Figure 17 : filtration	34
Figure 18 : le filtrat obtenu	34
Figure 19 : l'huile extraite	34
Figure 20 : photo de l'évaporateur rotatif BOECO Germany RVO 400SD.....	35
Figure 21 : Courbe du test d'oxydation accélérée.....	48
Figure 22 : chromatogramme de l'huile de pépins de mandarine.....	59
Figure 23 : courbe de temps d'induction de 1 ^{er} essai de l'huile de pépin de mandarine à la température de 25°C.....	64
Figure 24 : courbe de temps d'induction de 2 ^{ème} essai de l'huile de pépin de mandarine à la température de 15°C.....	65

Table des matières

Remerciement

Résumé

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 1

I. Première partie: synthèse bibliographique

I.1.Importance économique de la filière agrumicole.....3

1.1.1. Importance mondiale.....3

I.1.2.La production mondiale d'agrumes.....4

I.1.3.Production national.....8

1.1.4 Importance en Algérie.....9

I.2.Généralités sur les agrumes.....11

I.2.1.Aspect botanique.....12

I.2.2.Morphologie.....12

I.2.3.Position systématique et affinités.....13

I.2.4. Caractéristiques spécifiques.....14

I.3.Description de la mandarine commune.....14

I.3.1.Caractères externes du fruit.....14

I.3.2.Caractères internes.....16

I.3.3.Le cycle végétatif des agrumes.....16

I.3.4.Composition chimique et valeur nutritive.....17

I.4.Utilisation et effets thérapeutiques des fruits de genre citrus.....20

I.5.Transformation des agrumes.....21

I.5.1.Utilisation.....21

I.5.2. Produits transformés des agrumes.....22

I.5.3.Le sous-produit.....23

I.5.4. Récupération des sous-produits des agrumes.....	24
I.6.Pépins d'agrumes.....	25
I.6.1. L'extrait de pépins d'agrumes et ses milles vertus.....	25
I.7. Huile de pépins.....	26

II. Deuxième partie: Matériel et méthodes

II.1. Extraction de l'huile de pépins de mandarine	28
II.1.1.Matériel végétale.....	28
II.1.1.1.Caractères descriptifs.....	28
II.1.2.Récupération et préparation des pépins	31
II.1.3.Extraction d'huile.....	33
II.1.3.1.Extraction par solvant.....	33
II.2. Caractérisation biochimiques des pépins de mandarine.....	36
II.2.1.Détermination de la teneur en matière sèche le (NA 1132/1990).....	36
II.2.2. Détermination de la teneur en cendre (NF V 03-922, 2010).....	37
II.2.3.Détermination de la teneur en protéines (NF V 18-100, 2007).....	38
II.2.4.Détermination de la teneur en sucres totaux (Méthode de DUBOIS et al, 1956).....	38
II.2.5. Détermination de la teneur en cellulose brute,(NF V 18-100, 2007).....	40
II.3. Analyses physico-chimiques de l'huile de pépins.....	41
II.3.1. Densité à 20°C.....	41
II.3.2.Indice de Réfraction NFT 60-212. (AFNOR, 1984).....	41
II.3.3.Détermination de l'acidité et l'indice d'acidité (A.O.C.S méthode 1989).....	42
II.3.4.Détermination de l'indice de peroxyde (A.O.C.S méthode réadaptée en 1992).....	43
II.3.5.Détermination de l'indice de saponification (A.O.C.S. 1998).....	44
II.3.6.Détermination du profil en acides gras de 'huile des pépins de mandarine.....	45
II.3.7.Détermination de la résistance à l'oxydation (Méthode Rancimat743).....	47

III. Troisième partie: Résultats et discussion

III.1. Caractérisation physique morphologique du fruit.....	50
III.1.1.Description de la mandarine <i>Citrus reticulata</i>	50
III.2.Rendement du fruit	50
III.3. Caractérisation biochimique du matériel végétal.....	51
III.4.Propriétés physico-chimiques de l'huile de graines de <i>Citrus reticulata</i>	54
III.4.1.Propriétés physiques	54
III.4.1.1. La densité.....	54
III.4.1.2. Indice de réfraction.....	55
III.4.2.Propriétés chimiques.....	56
III.4.2.1. Indice d'acide.....	56
III.4.2.2.Indice de peroxyde.....	57
III.4.2.3. Indice de saponification.....	57
III.5. Résultats de la détermination du profil en acides gras de l'huile de pépins de mandarine	59
III.6.Résultats de la détermination de la résistance à l'oxydation.....	64
Conclusion.....	67
Référence biographie.....	
Annexe	

Introduction

Introduction

Depuis l'apparition de l'homme sur terre il y a des millions d'années, il a su en profiter du couvert végétal, parmi ce couvert, les agrumes représentent la première production fruitière mondiale 124 millions de tonnes en 2009 (anonyme, 2010). La production totale des agrumes est en constante augmentation et la moitié de la production mondiale est destinée à l'autoconsommation. La superficie totale plantée en agrumes est évaluée à plus de 3 millions d'hectares répartie sur une aire très large située approximativement entre les 40° de latitudes Nord et Sud tout autour du monde (Anonyme,2016). Les conditions pédoclimatiques de l'Algérie sont très favorables au développement et à l'extension de cette culture. D'ailleurs plusieurs régions à vocation agrumicole, connues à travers le pays, ont été encouragées ces dernières années à travers le programme de soutien (FNRDA : Fond National de régulation et développement agricole) qui a démarré à partir de la campagne agricole 2000/2001. Selon les dernières statistiques, établies par les services du Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural, l'agrumiculture occupe une superficie de 733.543 ha, soit 9% de la surface agricole utile (S.A.U.) (anonyme, 2016).

Les déchets de la fabrication du jus d'agrumes constituent 55% du poids des fruits traités. Ils s'accumulent rapidement et leur évacuation souvent coûteuse pose de difficiles problèmes quand l'usine se trouve dans une agglomération. D' autre part la production mondiale d'agrumes progresse rapidement et l'industrie de transformation doit se mettre en mesure d'absorber les excédents de production. Il en résulte une menace en surproduction de jus d'agrumes qui ne sera parée qu'en développant la consommation et abaissant le prix de vente. Dans cette perspective, les industriels recherchent des sources de revenus supplémentaires à partir de la matière qu'ils n'utilisent qu'en partie. Ce double problème, déjà ancien et résolu dans les pays fortement industrialisés, se pose avec acuité dans tous ceux qui voient augmenter rapidement le prix de la matière première et le coût de la main-d'œuvre. D'autre part, pépins d'agrumes sont généralement non valorisés dans l'industrie alimentaire. La composition des pépins d'agrumes dépend selon l'espèce, les cultivars, les conditions environnementales et des pratiques agricoles.

Saidani et al. (2004) ont également constaté des différences de composition en acides gras des huiles de graines de cinq variétés des agrumes tunisiens. Palmitique (21,40 à 39,40%), acides oléique (14,90-36,60%) et linoléique (23,80- 40,30%) ont été détectés comme acides gras majeurs dans tous les échantillons .Les pépins d'agrumes contiennent 20,0 à 78,9% d'huile selon l'espèce, le cultivar et la zone de culture (Habib et al.1986; Ajewole et Adeyeye 1993; Saidani et al 2004; Anwar et al 2008; Waheed et al 2009; Habila et al 2012). La composition en acides gras est le principal paramètre de qualité pour huile comestible. Mathhaus et Özcan (2012) ont

déclaré que le teneur en acides oléique, linoléique et palmitique dans 17 différentes huiles de graines d'agrumes se situaient entre 12,8 à 70,1%, 19,5 à 58,8%, 5,1 à 28,3%, respectivement..

Ce travail a pour but d'estimer la faisabilité et l'exploitation économique des résidus de transformation industrielle d'agrumes. Il s'agit de procéder a l'extraction et a la caractérisation d'huile de pépin de mandarine cultivée en Algérie (*Citrus reticulata*).

I.1. Importance économique de la filière agrumicole

1.1.1. Importance mondiale

Parmi toutes les cultures arboricoles et leur importance socio-économique dans le monde, l'agrumiculture constitue l'un des principaux secteurs de l'économie nationale. Elle constitue par son tonnage l'une des trois premières productions fruitières mondiales devant les groupes des bananes et du raisin (Loeillet, 2008). Les besoins des populations en ce produit ne cessent de croître à cause de sa valeur nutritionnelle.

Les superficies agrumicoles ont atteint une superficie de 8,6 millions d'hectares (anonyme, 2008). Ces superficies ont connu une progression continue dans les 140 pays producteurs à travers le monde, 70% de ces derniers sont localisés dans l'hémisphère nord dont 20 % dans la région méditerranéenne.

Selon Lebdi Grissa (2010), la production des agrumes comprend 62 MT (million de tonnes) d'oranges (Navel, Maltaises, Sanguines, Valencia late...), 22 MT de petits fruits (Satsumas, Clémentines, Mandarines, Wiking...), 12 MT de limons (Citrons, Limes) et 12 MT de pamplemousses. Dans la région méditerranéenne, 16 à 17 MT sont produites par les 12 pays membres du Comité de Liaison des Agrumes Méditerranéens (CLAM).

Historiquement, la production s'est développée aux Etats-Unis d'Amérique et en Méditerranée. Elle a ensuite connu un grand développement au Brésil et se développe en Asie. Les agrumes couvrent essentiellement les régions méditerranéennes et tropicales.

Le commerce des agrumes en frais concerne surtout les oranges; il connaît une forte diversification avec les petits agrumes, les citrons et les pomelos. Le commerce des jus de fruits connaît une croissance importante: le Brésil est le plus grand exportateur mondial de jus d'orange congelé. L'avenir de la filière agrumicole mondiale est très indéterminé: il dépend en effet de nombreux facteurs comme la localisation des maladies, l'innovation concernant les fruits et les jus de fruits, la pénétration des jus dans la consommation des classes moyennes des pays émergents et les politiques qui seront menées par ces pays (Griffon, Loeillet.2000).

Les principaux pays producteurs sont la Chine (22 MT), le Brésil (20,7 MT), les Etats-Unis d'Amérique (11,7 MT), le Mexique (7,5 MT), l'Inde (7,2 MT) et l'Espagne (5.9 MT) (anonyme 2010). La Floride et la région de Sao Paulo sont les deux plus importantes régions de production d'agrumes au monde, production essentiellement constituée d'oranges. Le groupe des agrumes est très hétérogène, une large gamme de produits le compose. Les oranges forment le premier groupe variétal avec 55% des volumes. Les petits agrumes de type clémentines et mandarines comptent pour environ 23% des volumes produits. Leur culture est plus récente que les oranges mais plus dynamique. Les citrons/limes et les pomelos arrivent respectivement en troisième (11% de la

production mondiale) et quatrième position (4%). Les agrumes que l'on peut qualifier de marginaux (cédrat, kumquat, etc.) ne représentent qu'une infime partie de l'offre mondiale. Environ 65% de la production mondiale est destinée au marché du fruit frais, le reste alimente l'industrie agroalimentaire, notamment pour la transformation en jus. Par ailleurs, dans le bassin méditerranéen et en Chine, la majorité de la production est assignée au marché du fruit frais, à l'inverse du Brésil et de la Floride où la plus grande part de la production est vouée à la transformation (Figure 1).

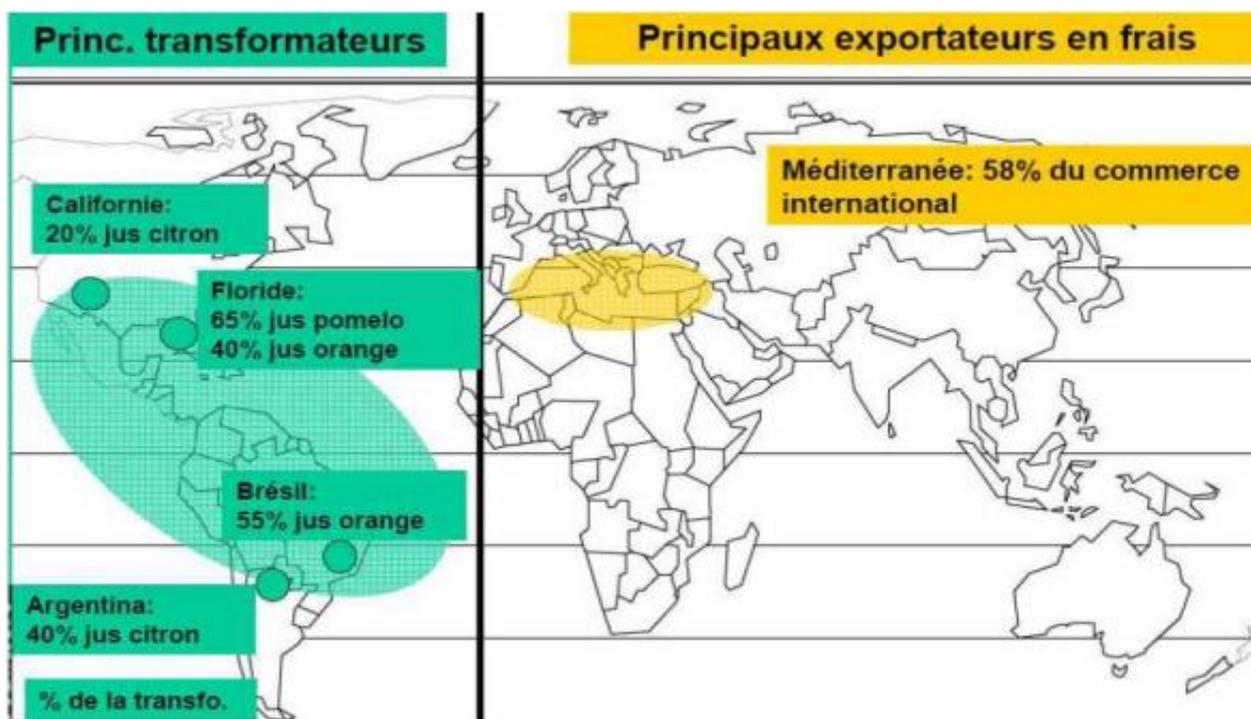


Figure 1: Principales régions productrices d'agrumes pour le marché du fruit frais et la transformation (Imbert, 2008)

I.1.2. La production mondiale d'agrumes :

Les agrumes (orange, mandarine, citron) sont parmi les fruits les plus abondants dans le monde, la production mondiale en agrume est considérée comme l'une des plus importantes dans le domaine agricole (Torquato et al., 2017). Elle est passée de 6689016 tonnes en 2001 à 12473165 tonnes en 2013, et l'orange quant à elle, occupe le devant dans la production des agrumes, elle compte plus 71909516 tonnes en 2013 (anonyme, 2017). Le Brésil cultive un quart de la production mondiale d'agrumes dont 75 % sont transformés en jus. La Chine et les États-Unis sont également d'importants producteurs avec respectivement 17,6 et 11 millions de tonnes. Ensemble, le Brésil et les États-Unis représentent plus de 90 % de la production mondiale de jus d'orange. Environ 22 millions de tonnes d'agrumes sont produits dans la région méditerranéenne, principalement pour la consommation de fruits frais. L'Espagne, l'Italie, l'Égypte, la Turquie et la

Grèce sont les principaux producteurs .La figure 3 présente la production international d'agrumes par tonnes.

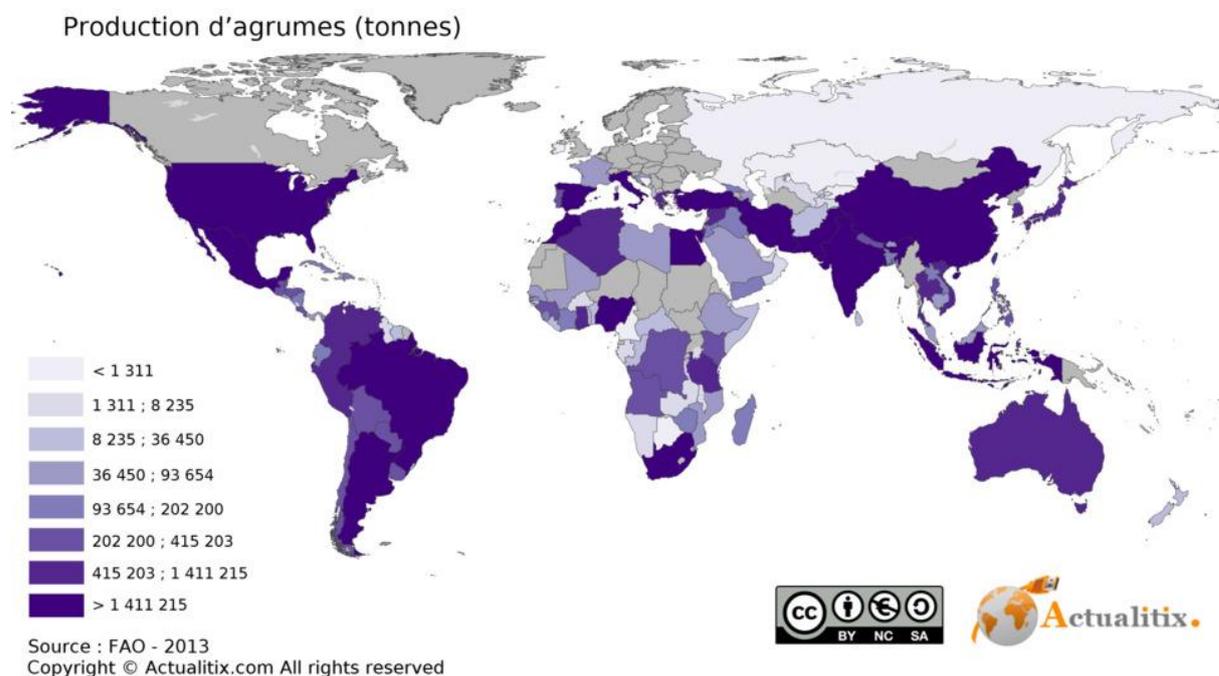


Figure 2 : Production d'agrumes dans le monde (anonyme, 2013)

Couleur de la carte pour l'indicateur : Production d'agrumes (tonnes). :

Couleur des pays ayant les données les plus fortes : violet foncé.

Couleur des pays ayant les données les plus faibles : violet clair.

La production mondiale d'agrumes, toutes espèces confondues, s'élève à plus de 110 millions de tonnes par an, sur une superficie de 7,5 millions d'hectares environ. Les oranges représentent environ 60 % de la production totale d'agrumes. Les tangerines, mandarines, clémentines et satsumas comptent pour 23 % du volume mondial. Environ 13,7 millions de tonnes de citrons et de limes, ainsi que 4,4 millions de tonnes de pamplemousses et pomelos sont produites annuellement. Les rendements moyens se situent entre 5,3 et 6,7 tonnes/an, mais les pays aux cultures plus intensives atteignent une moyenne nationale de 11 à 15,5 tonnes/an. Dans les régions les plus propices, les meilleurs producteurs parviennent à produire 20 à 26 tonnes/an. Le Brésil cultive un quart de la production mondiale d'agrumes dont 75 % sont transformés en jus. La Chine et les États-Unis sont également d'importants producteurs avec respectivement 17,6 et 11 millions de tonnes (anonyme, 2019).

Les statistique reflète la production mondiale d'agrumes entre 2015 et 2016, ventilée par région, en millions de tonnes métriques. On peut y lire qu'en 2015, environ 7,14 millions de tonnes d'agrumes ont été produites en Asie. Le tableau 1 montre la production mondiale d'agrumes dans les années 2015/2016.

Tableau 1 : la production mondiale d'agrumes entre 2015 et 2016 (anonyme, 2018)

	2015	2016
Caraïbes	235,618	246,229
Océanie	12,002	11 ,996
Amérique du Nord	28,123	24,547
Europe	47,843	54,022
Amérique centrale	235,618	246,229
Amérique du Sud	814 ,363	802,950
Afrique	4,996,651	5,041,634
Asie	7,147,442	7,838,103

Les agrumes couvrent essentiellement les régions méditerranéennes et tropicales. Selon les données du Département Américain de l'Agriculture USDA*, la production mondiale d'agrumes tous produits confondus s'élève à plus 90 Mt pour la campagne 2016/2017 avec une augmentation de 1,2% durant la période 2007-2017. En général, la production mondiale des agrumes se décline en quatre catégories ainsi réparties, le tableau 2 montre ces catégories.

Tableau 2 : Calculs des quatre catégories d'agrumes (anonyme 2016)

Part dans la production Mondiale	
Oranges	54%
Tangerines, Mandarines	31%
Citrons	8%
Pamplemousses	7%

Durant la dernière décennie, la production de tangerines a augmenté de 5,2% passant de 19 MT en 2007/2008 à 29 MT en 2016/2017. Ces petits agrumes sont principalement produits en Chine, en Espagne, au Maroc, en Turquie et dans d'autres pays méditerranéens.

La figure 3 illustre l'évolution de la production mondiale par variétés d'agrumes.

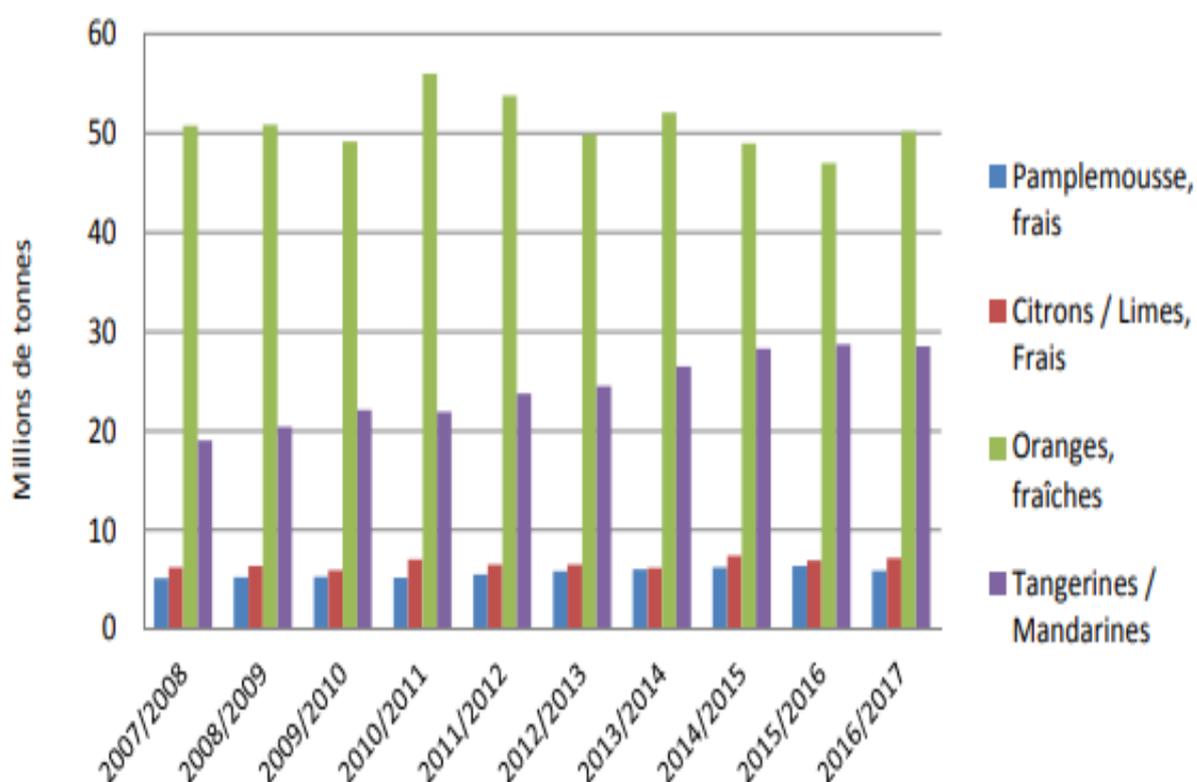


Figure 3 : Evolution de la production mondiale par variétés d'agrumes (Millions de T)

(anonyme,2017)

L'industrie de l'orange représente un chiffre d'affaire mondial de l'ordre de 2 milliards de dollars américains. Les premiers producteurs étant le Brésil et les États-Unis (principalement la Floride). Pour consommer ce fruit tous les mois de l'année, des oranges dites de contre-saison sont cultivées. Cette production en zone tempérée chaude réduit l'extension des surfaces de production dans l'hémisphère Sud (Anonyme, 2017). Le tableau 1 illustre les principaux producteurs d'orange.

Tableau 3 : Les principaux producteurs d'oranges en millions de tonnes avec la place de l'Algérie en 2013 (Anonyme, 2017)

N°	Pays	Production en millions de tonnes	Production en pourcentage%
1	Brésil	17.550	24.5
2	USA	7.589	10.6
3	Chine	7.305	10.2
4	Inde	6.426	9
5	Mexique	4.410	6.2
6	Espagne	3.394	4.7
7	Egypte	2.886	4
8	Turquie	1.781	2.5
9	Italie	1.708	2.4
10	Afrique du Sud	1.672	2.3
11	Pakistan	1.505	2.1
12	Indonésie	1.411	2
13	Iran	1.192	1.7
14	Argentine	0.900	1.3
15	Algérie	0.891	1.2
Total production mondiale		60.62	84.7

I.1.3 Production nationale

La production d'agrumes en Algérie a connu une importante croissance, elle est passée de 10 878 320 quintaux en 2012 à 13 419 940 quintaux en 2015, avec une production d'orange qui est estimée au environs de 10 050 791 quintaux, les meilleures productions en oranges ont été enregistrées dans les wilaya de Chlef et de Blida, avec des productions qui sont respectivement de 1 155 520 et 3 079 216 quintaux (anonyme, 2017).

La production des oranges en Algérie augmente d'une année à une autre. Le tableau 5 montre que depuis 2004 jusqu'à 2013, la production a augmenté de plus du double, soit d'une quantité de 473524 tonnes avec un taux d'environ 113.51 %.

Tableau 4 : Production d'orange en Algérie (Anonyme, 2016)

Production (en tonnes)	Année
890674	2013
802517	2012
814740	2011
582496	2010
626091	2009
502991	2008
490915	2007
474453	2006
435236	2005
417150	2004

1.1.4 Importance en Algérie :

Selon Aouane et Ghezli (2001), à l'instar de l'arboriculture fruitière, l'agrumiculture occupe une place primordiale et constitue l'une des préoccupations majeures des décideurs au niveau du ministère de l'agriculture algérien. Le programme de reconversion mis en œuvre vise à réinstaurer l'agrumiculture dans des zones de prédilection à travers une démarche d'adaptation des systèmes de production aux vocations pédoclimatiques de chaque zone. La culture commerciale des *Citrus* est localisée dans les zones irrigables, dans la partie nord du pays (figure4) où la température clémente assure sa réussite. En effet, le verger agrumicole algérien se localise essentiellement dans la plaine de la Mitidja en raison de son exigence en eau et la qualité du sol (Karboa, 2001). L'INRAA en 2006 a rapporté que l'Algérie détient une collection variétale composée de 277 variétés d'agrumes Cette richesse arboricole constitue un patrimoine génétique inestimable (Karboa, 2001). La figure 5 montre les zones essentielles de production d'agrumes en Algérie.

Le verger agrumicole algérien occupe une superficie de 64154 ha dont 50873 ha se répartissent en majorité dans les wilayas de Blida (26%), Chlef (9%) et Alger (8%). Les principales espèces cultivées dans ces régions sont les oranges, les clémentines, les citrons et les pomelos. En termes de production, l'Algérie a atteint le niveau de 8 552 654 quintaux soit un rendement moyen de 16.8T/ha. Les différentes composantes de cette production sont 72% pour les oranges, 16% pour la clémentine, 7% pour les citrons, 3% pour la mandarine et 0,1% pour le pomelo (Anonyme, 2009)

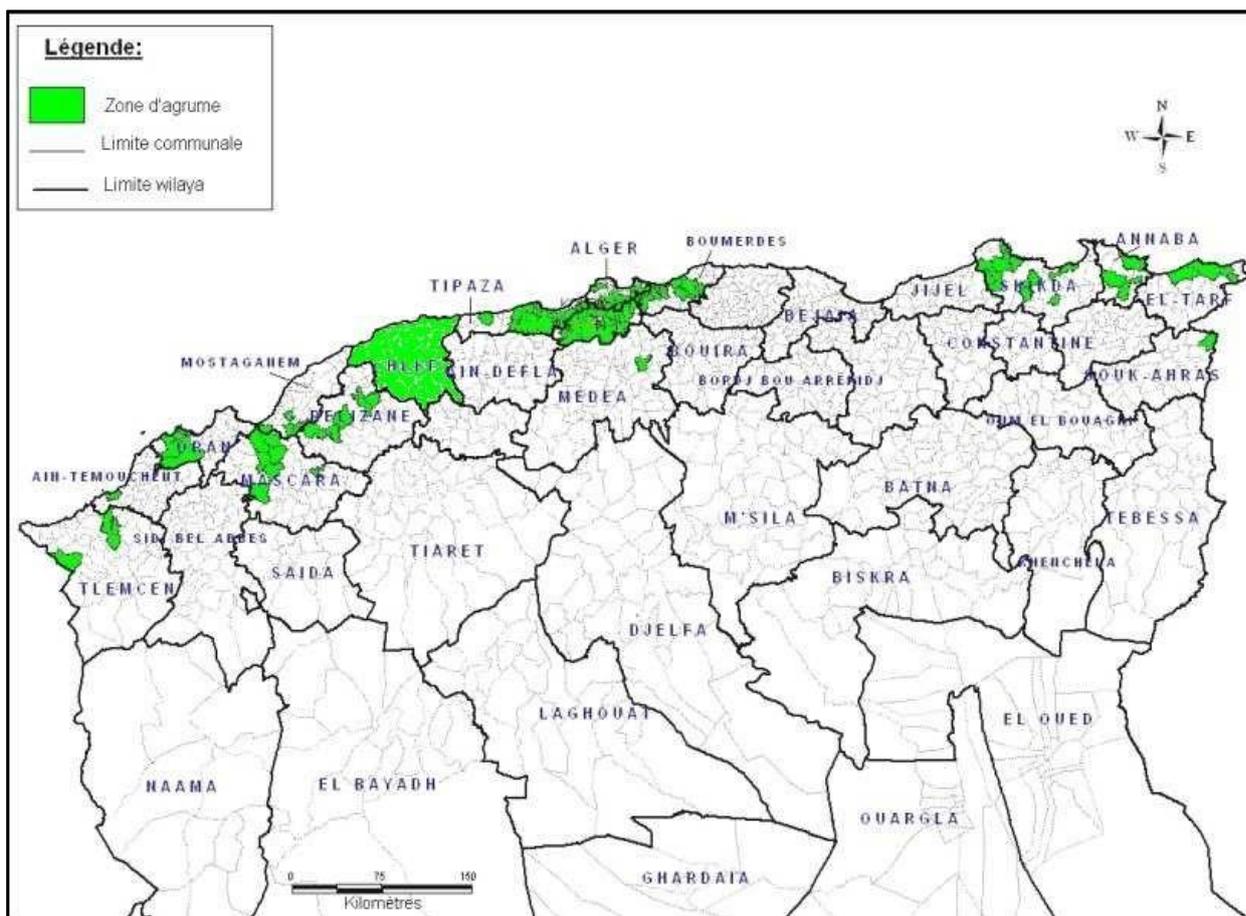


Figure 4 : la répartition des zones agrumicoles en Algérie (Anonyme ,2012)

Le tableau montre le patrimoine agrumicole selon les variétés existante sur le marché algérien

Tableau 5 : Patrimoine Agrumicole déteu par l'institute technique de l'arboriculture fruitière et viticole (Anonyme, 2006)

Variétés (nombre totale)	variétés locales	Variétés étrangères	Variétés utilisées	Variétés homologuées	Variétés non Homologuées
277	34	243	9	41	236

I.2. Généralités sur les agrumes

Le mot agrume provient du latin *acrumen* (aigre) et était donné dans l'antiquité aux arbres à fruits acides. En botanique, les agrumes appartiennent à la famille des Rutacées et sont répartis en 3 genres : *Fortunella* (Kumquat), *Poncirus* (Oranger trifolié) et *Citrus* (majorité des agrumes) auxquels on rajoute une vingtaine d'espèces (Escartin, 2011). La figure 5 illustre la diversité des fruits d'agrumes.

Les agrumes sont de petits arbres à feuillage dense et souvent épineux qui sont caractérisés par la présence de poches sécrétrices d'huile essentielle qu'on retrouve à la fois dans les feuilles et l'écorce du fruit. Aujourd'hui on rencontre des agrumes sur les cinq continents, mais leur origine est centrée sur l'Asie du Sud-est sous des climats chauds ou humides.

Les fruits peuvent être utilisés frais tels quels ou en jus et confiture pour un usage alimentaire. Ils sont en effet riches en vitamines, minéraux et en fibres. Ils peuvent aussi être utilisés dans la fabrication de produits dérivés. Ainsi, un tiers environ des agrumes produits sont transformés, en particulier les oranges (40% des oranges). Les produits dérivés sont les jus de fruits, mais aussi les huiles essentielles (Escartin, 2011). La diversité agromorphologique des agrumes est considérable. Figure 5 concerne aussi bien les caractères organoleptiques et pomologiques que les résistances aux facteurs biotiques ou abiotiques. Ainsi, cette diversité ouvre des perspectives intéressantes pour l'utilisation des ressources génétiques en amélioration variétale. Elle est fortement marquée entre les espèces.

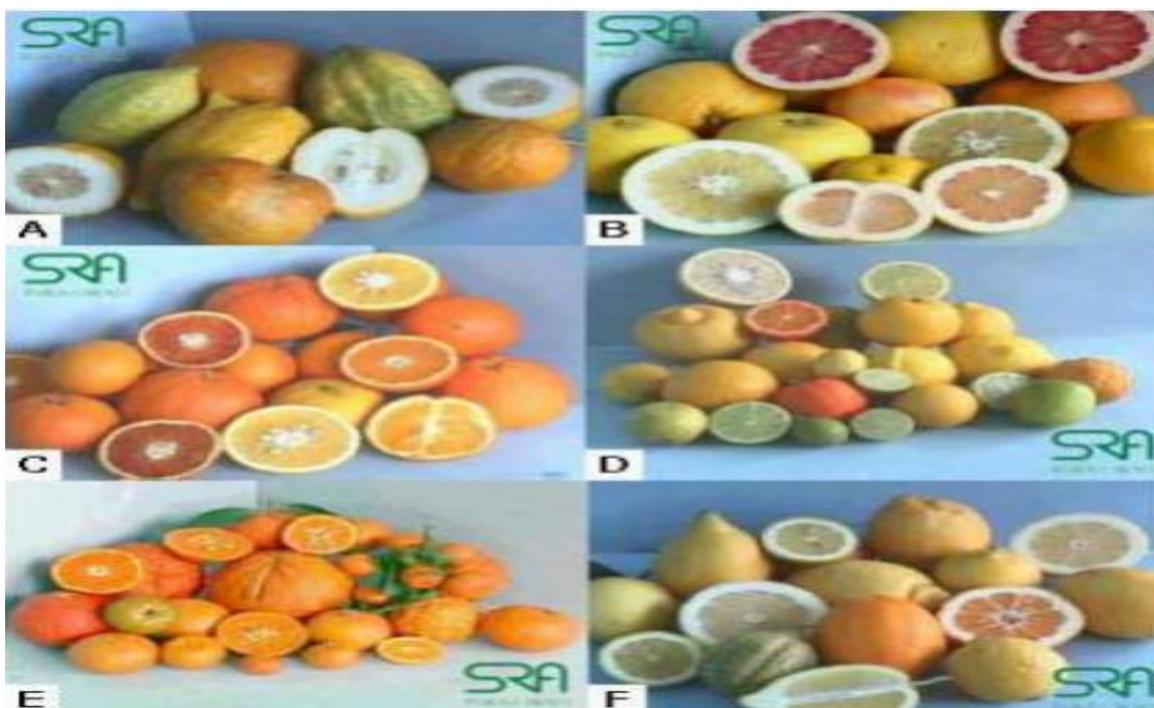


Figure 5: Diversité pomologique des fruits d'agrumes : A = les cédrats ; B = les pomelos ; C = les oranges ; D = les limes ; E = les mandarines et F = les citrons.

I.2.1 Aspect botanique:

Le mandarinier (*Citrus reticulata*) est un arbre de la famille des Rutaceae produisant des agrumes nommés mandarine. C'est un petit arbre aux feuilles simples vert foncé brillant. Il est originaire d'Asie du Sud-est (Chine et Viêtnam). Ce grand arbuste à port arrondi peut atteindre les 6m de haut en plein terre et en porté ne dépasse pas les 2m. Ses feuilles persistantes, alternées et lancéolées, mesurent généralement entre 4 et 8 cm de long.

Le mandarinier présente des branches fines, ramifiées et légèrement épineuses. Ses feuilles persistantes sont longues de 8 cm, elle est de couleur vert foncé, luisantes sur la face supérieure. Leur pétiole est légèrement ailé.

Les fleurs sont blanches et parfumées, apparaissent au printemps de mars à avril. Si elles sont polonisées, les mandarines se développent pour atteindre leur maturité de novembre à décembre. Ce fruit très parfumé à l'inconvénient d'avoir beaucoup de pépins.

Les détenteurs de mandarinier se réjouissent, la plante les ravira du parfum exotique de ses petites fleurs blanches deux fois par an : en hiver et au printemps. Chose assez rare pour une plante originaire des régions chaudes, le mandarinier peut résister à des températures allant jusqu'à -12°C. Comme tout agrume qui se respecte, la mandarine est riche en vitamines C, en calcium, en magnésium et en fer.

Mandarinier Classification de Cronquist,(1981)

Règne : Plantae

Sous-règne : Tracheobionta

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Sous-class : Rosidea

Ordre : Sapindales

Famille : Rutace

Genre : Citrus

I.2.2.Morphologie :

Tous les fruits des citrus cultivés présentent la même structure anatomique présentée sur la figure 6 (**Ramful et al., 2010**).

D'un point de vue botanique les agrumes sont des fruits charnus de type baie avec un péricarpe structuré en trois parties bien différenciées : l'épiderme (Flavédo), mésocarpe (Albédo) et l'endocarpe (pulpe).

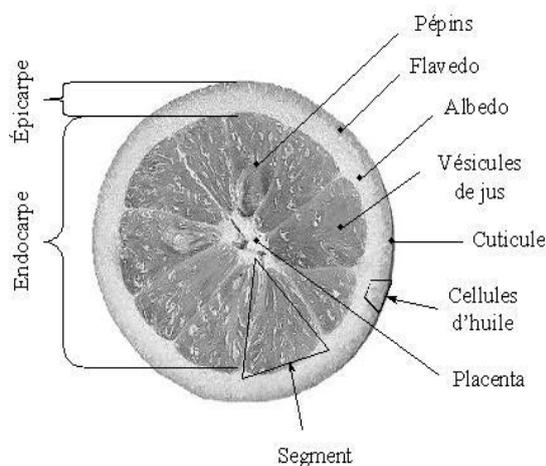


Figure 6: Caractéristiques morphologiques d'un *citrus* (Duan et al. 2014).

I.2.3. Position systématique et affinités

La mandarine Commune a été décrite pour la première fois par Tenor qui en a fait une nouvelle espèce, *Citrus deliciosa*. La validité de cette espèce n'est pas admissible du fait que les caractéristiques botaniques générales de la mandarine Commune la font parfaitement rentrer dans *Citrus reticulata*, dont elle n'est qu'un cultivar. La mandarine Commune a quelques caractéristiques morphologiques extrêmement particulières, notamment la forme très lancéolée de ses feuilles, leur teneur en méthyl-anthranilate de méthyle, et la très forte polyembryonie des pépins.

I.2.4. Caractéristiques spécifiques

La mandarine Commune se signale par des caractères morphologiques qui lui sont très spécifiques :

Feuille: forme lancéolée, peu courante ; odeur du limbe froissé, essence de zeste également.

Pépin : forme sphérique avec bec, peu courante; polyembryonie élevée. Cette polyembryonie élevée, qui se retrouve toutefois chez d'autres variétés de mandarines, permet d'obtenir des semis d'une extrême régularité et surtout des plants adultes reproduisant parfaitement la plante-mère.

I.3. Description de la mandarine Commune

Arbre et feuille

L'arbre est de taille moyenne, de 3,50 m à 4 m de haut. Son port est très nettement arrondi pour les arbres mais parfaitement érigé et colonnaire pour les arbres de semis. Dans les arbres à port arrondi, la frondaison est assez aérée, avec très souvent un important dégarnissage de l'intérieur. A maturité, lorsqu'il est chargé de fruits, l'arbre prend un port retombant (pleureur) caractéristique. Les branches et les rameaux sont la plupart du temps parfaitement inermes: quelques individus présentent parfois sur les branches intérieures quelques épines courtes et peu pointues. Les rameaux à grêles et présentent jeunes pousses de couleur vert clair pur, sans coloration pourpre. Les feuilles sont de taille et de forme particulières à la variété : elles sont de petite taille, 77 mm de longueur et 24 mm de largeur en moyenne, pétiole compris. Les dimensions maxima observées furent de 158 mm de longueur et 50 mm de largeur.

Le limbe est très caractéristique, il est de forme étroitement lancéolée, fortement acuminé au sommet, nettement acuminé également vers l'articulation avec le pétiole. Les indentations du pourtour sont peu marquées.

Le pétiole est court, de 7 à 8 mm, soit 1/10 de la longueur du limbe. Il n'est pratiquement pas ailé et marqué seulement de deux faibles marges. Longitudinales Limbe et pétiole sont articulés entre eux.

Les feuilles froissées dégagent une odeur très spécifique, très forte et très agréable, unique parmi les diverses mandarines et qui permet de reconnaître sans erreur cette variété: elle est due à la présence en très faibles proportions de méthyl-anthranilate de méthyle.

La fleur

La floraison n'est pas remontante et s'effectue principalement en même temps que les autres agrumes (mars-avril dans l'hémisphère nord). Les fleurs sont courtement pédonculées et se forment en grappes extrêmement pauciflores tout le long des rameaux. Ce mode de floraison, qui n'est pas exceptionnel chez les mandarines, est très nettement marqué chez la mandarine Commune. Les fleurs sont glabres, de couleur blanc pur, les boutons sont de forme sphérique, s'allongeant légèrement à l'ouverture de la fleur. Le pédoncule est court, 3 à 4 mm en moyenne.

Le calice est de petite taille, divisé régulièrement. La corolle est de petite taille, 32 mm de diamètre lorsqu'elle est étalée. Les pétales sont en nombre variable, allant de 4 à 7.

I.3.1. Caractères externes du fruit :

Dans les tableaux suivants (6 et 7) les caractères externes et internes du mandarine commune *Citrus Reticulata* sont bien détaillés.

Tableau 6 : caractères externes de la mandarine commune *Citrus Reticulata* (Chapot .H,1962)

Couleur	Jaune orange, uniforme
Surface	Un assez grand nombre des glandes sont en creux très net (une sur 5 ou 6), les autres formes une légère saillie.
Forme	Très nettement aplatie aux pôles, symétrique.
Dimension	Moyen d'un fruit de 68 à 107g en moyenne de 85g Diamètre de 34mm e t hauteur de 26mm
Base	Nettement tronquée, sans col marqué dans les fruits normaux. La base est notablement côtelée et sillonnée sur toute la surface autour de calice
Calice	A la surface ou dans une légère dépression démentions moyennes à petites.il est divisé régulièrement en division moyenne, très pointues, minces.
Pédoncule	Moyen à petit, de 3à 4mm de long
Navel	Navélation très fréquentes sous forme d'un petit massif glandulaires de petites tailles

I.3.2 Caractères internes :

Tableau 7 : caractères interne de la mandarine commune *Citrus reticulata* (**Chapot .H,1962**)

Ecorce Epaisseur Consistance Adhérence	Mince à la section de 2.8à3mm en moyen Assez molle Légère, parfois boursoufflement notable
Pulpe Couleur Texture Vésicules	Uniforme, jaune saumoné Fine, tendre Petites, forme très trapue
Jus Saveur	Fruit juteux, sucré, moins acide, très parfumé. Très agréable Excellente, arôme très fin
Pépins Nombres Taille et forme	De 8à32 en moyenne 18 par fruit Petite trapue forme sphérique avec bec court et recourbé longueur : 10mm, largeur :7mm, épaisseur 5.5mm Surface lisse, couleur crème , laissant apparaitre la trace des très nombreux cotylédons

I.3.3.Le cycle végétatif des agrumes

Selon **Praloran (1971)** la multiplication des végétaux fait intervenir deux processus :

La multiplication sexuée qui résulte de la fusion du gamète mâle et du gamète femelle.

La multiplication asexuée (végétative) qui fait intervenir la capacité d'évolution de cellules peu différenciée comme celle du méristème. Des plus, de nombreux agrumes ont

la possibilité de donner à coté de l'embryon sexué. Les embryons provenaient du développement des cellules d'un tissu de l'ovule et le nucelle. Ces embryon correspond donc a une multiplication végétative particulière.la figure 7 présente le cycle végétatif des agrumes.

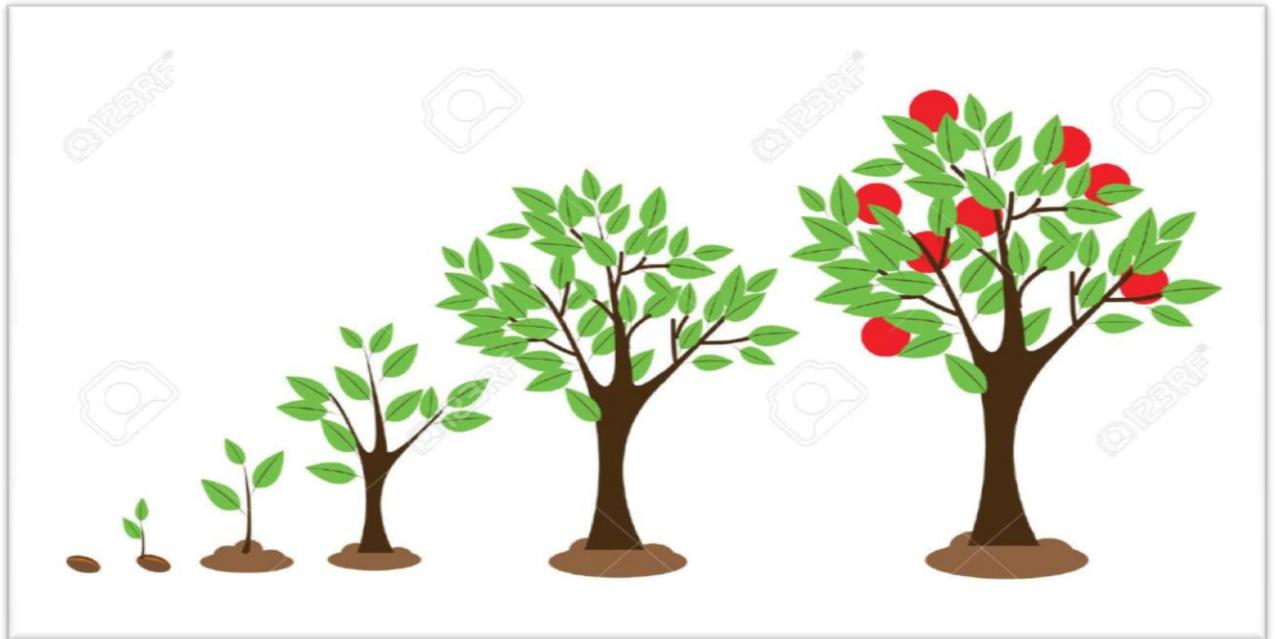


Figure7 : Le cycle végétatif des agrumes (Google image)

I.3.4. Composition chimique et valeur nutritive

Les agrumes sont généralement consommés frais, appréciés par la majorité de la population. Ce sont des fruits riches en minéraux tel que le Fe, Ca, K, Mg, et en composés phénoliques, ainsi qu'en flavonoïdes possédant une très grande activité anti-oxydante. Les nombreuses études épidémiologiques réalisées ont montré qu'une très grande consommation en agrumes (orange, citron...), a le pouvoir de réduire les risques cardio-vasculaires, ainsi que plusieurs différents types de cancer (**Gorinstein et al., 2001**), et présente aussi plusieurs autres activités antimicrobiennes, et anti-inflammatoires (**Hamdan et al., 2013**).

D'autres études ont montré la richesse des agrumes en vitamine C, dont il a été démontré qu'un verre de jus d'orange peut couvrir 20 à 80% des besoins du corps humain en vitamine C.

Cette vitamine dont le rôle est de capter les radicaux libres, comme le radical hydroxyle et le peroxyde d'hydrogène (**Ramful et al., 2011 ; Magwaza et al., 2017**).

Les agrumes (oranges, citrons, pamplemousses, clémentines et mandarines) se caractérisent par une chair juteuse, et un apport énergétique modéré (32 kcal/100g pour le citron, 45 kcal/100g en moyenne pour les autres).

Les glucides sont les principaux constituants énergétiques des agrumes : saccharose, fructose et glucose. L'équilibre entre la teneur en glucides et la teneur en acides organiques naturels (essentiellement l'acide citrique) définit la saveur plus ou moins douce de l'agrumes. Ainsi, le citron, riche en acide citrique (5%) a un goût acidulé très marqué, alors que la clémentine moins riche en acide citrique (0.8%) a une valeur douce. Les agrumes sont une source appréciable de calcium (entre 20 et 40 mg/100g).

L'apport en vitamine C (entre 40 et 80 mg/100 g), particulièrement stable, est d'ailleurs l'atout majeur des agrumes. Leur milieu acide et leur peau épaisse assurent une diminution très lente du taux de vitamine C, même plusieurs semaines après la récolte ! La consommation d'un demi-pamplemousse couvre donc les trois quarts des besoins journaliers en vitamine C d'un adulte, et celle d'une orange, la totalité. Fait remarquable pour ceux qui préfèrent consommer les agrumes en jus : ce dernier contient autant de vitamine C que le fruit lui-même.

Tous les agrumes ont une composition presque identiques avec plus de 85% d'eau, ce sont des fruits particulièrement juteux et désaltérants.

Chaque fruit comporte 3 couches :

- L'écorce extérieure contient beaucoup de petites poches qui accumulent des huiles essentielles inflammables.
- La couche centrale, qui est la partie blanche et fibreuse
- La couche interne qui est la partie la plus riche en sucre et vitamine C.

Les feuilles et les fruits de citron sont des sources de composés naturels, tels que les protéines, les acides organiques, les vitamines, les polyphénols, les flavonoïdes, les caroténoïdes, les minéraux, les fibres et les huiles essentielles.

Le tableau 8 suivant représente la composition chimique des agrumes et de leurs produits le plus courant (le jus) pour 100g de matière comestible.

Tableau 8 : la composition des agrumes et de leurs produits le plus courant (le jus) pour 100g de matière comestible. (Anonyme, 2018)

	Citron		Orange		Mandarine		Lim	
Produits Composition	Fruit entier	Jus frais	Fruit Entier	Jus frais	Fruit entier	Jus frais	Fruit entier	Jus frais0
Eau (%)	87.4	91.0	82.3	88.3	87	88.9	89.3	90.3
Valeur calorique (cal)	20	25	40	45	46	43	28	26
Protéines (g)	1.2	0.5	1.3	0.7	0.8	0.5	0.7	0.3
Lipides (g)	0.3	0.2	0.3	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1
Hydrates de carbone								
• Totaux	1.7	8.0	15.5	10.4	11.6	10.1	9.5	9.0
• Cellulose	-	traces	-	0.1	0.5	0.1	0.5	Traces
Cendres (g)	0.4	0.3	0.6	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3
Calcium (mg))	61	7	70	11	40	18	33	9
Vitamine P(quercétine) (mg)	15	10	22	17	18	14	18	11
Fer (mg)	0.7	0.2	0.8	0.2	0.4	0.2	0.6	0.2
Sodium (mg)	3	1	2	1	2	1	2	1
Potassium (mg)	145	141	196	200	126	178	102	104
Vitamine A (unité international)	30	20	250	200	420	420	10	10
Vitamine B1 (mg)	0.05	0.03	0.10	0.09	0.06	0.06	0.03	0.01
Vitamine B2 (mg)	0.04	0.01	0.05	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01
Vitamine C (mg)	77	46	71	50	31	31	37	32

Le tableau 9 montre la composition biochimique moyenne de la mandarine (pour 100 g de fruit frais)

Tableau 9 : Composition biochimique moyenne du mandarine (**Anonyme,2013**)

Composition	Citron
Eau (g)	90.20
Glucides (g)	3.16
Protéines (g)	0.70
Lipides (g)	0.60
Acides organiques (g)	4.88
Fibres alimentaires (g)	0.50
Les vitamines (mg)	51.26
Les minéraux (mg)	211.95
Apport énergétiques (k calories)	36.48

I.4. Utilisation et effets thérapeutiques des fruits de genre Citrus

De nombreuses études ont montré que les espèces du genre Citrus sont riches en principes actifs tels que les composés phénoliques et les flavonoïdes, utilisés à des fins thérapeutiques ou dans les domaines cosmétiques ou alimentaires (**Kahkonen et al., 1999 ; Shahaib et al., 2011**).

Certaines vertus des principaux effets thérapeutiques de la consommation des fruits citrus ;

- La saveur amère et aromatiques de la pulpe d'orange amère ouvre l'appétit et facilite la digestion (**Touscher et al. 2005**).
- La pulpe d'orange fraîche est utilisée pour traiter les maladies de la peau : l'acné, soins de visage. (**Valnet, 2001**).
- Le citron a été utilisé contre l'insomnie, l'asthme et dissoudre les cristaux rénaux (**Okwu et Emenik, 2006**).
- Stimulation de l'appétit (zestes) (**Santo et al, 2011**)
- Activité antimicrobienne, anti-inflammatoire, anti-oxydante, anticancéreuse (**Del-rio et al., 2004**)
- Abaissement de la pression artérielle, traiter l'obésité (**Ramful et al., 2011**).

I.5. Transformation des agrumes

I.5.1. Utilisation :

Les agrumes sont soit consommés comme fruit frais, soit utilisés dans la fabrication de produits dérivés ou de coproduits. Environ le tiers de la production totale d'agrumes est destiné à être transformé. Cette proportion est encore plus importante dans le cas des oranges, puisque plus de 40% des oranges récoltées dans le monde sont transformés. En outre, ce fruit représente plus de 80% de la totalité des agrumes transformés. La proportion des pamplemousses utilisée pour la transformation est à peu près similaire à celle des oranges. Par opposition, il est à noter que tous les petits agrumes tels que les mandarines sont destinés au marché frais. Les citrons jaunes et verts se démarquent, en cela, qu'ils sont habituellement consommés en association avec d'autres produits. Ils sont cultivés principalement pour le marché frais et leur jus est utilisé comme arôme dans certaines boissons.

Les agrumes qui ne satisfont pas aux critères de qualité, pour la consommation sur le marché du frais ou pour la transformation, sont en général utilisées dans la fabrication de coproduits. La figure 8 montre la transformation des agrumes en matière première jusqu'à l'obtention du jus.

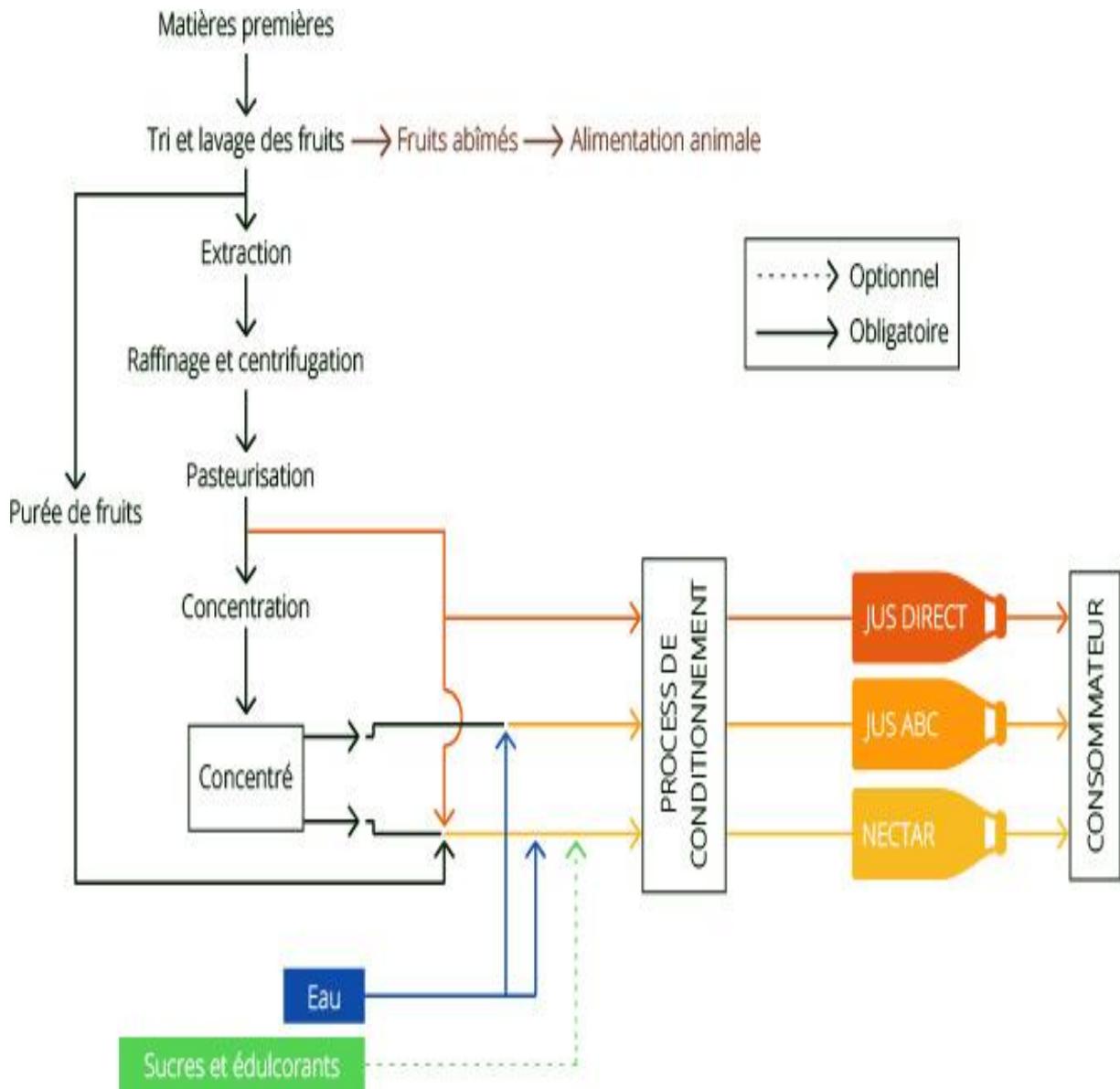


Figure8 : diagramme de transformation des agrumes (anonyme,2016)

I.5.2. Produits transformés des agrumes

Le produit le plus important issu de la transformation des agrumes est le jus d'orange. Il est évalué en degrés de brix, qui est une unité de mesure permettant d'évaluer la concentration de soluble ainsi que le ratio sucre/acide. Le jus d'orange peut être présenté sous différentes formes. Les principaux types de jus d'orange sont :

- **Jus d'orange fraîchement pressé**

Le jus est pressé à partir du fruit frais et emballé dans des récipients en cartons, en verre ou en plastique, sans être pasteurisé. Le produit est étiqueté de manière claire et commercialisé dans le rayon des produits laitiers. Il a une durée de vie de quelques jours.

- **Jus d'Orange Concentré congelé (JOCC)**

La production de jus d'orange concentré commence dès la réception et le déchargement des fruits. Les fruits sont apportés à l'usine en camions avec des capacités de remorques jusqu'à 20 tonnes. L'étape du déchargement peut être relativement simple ou elle peut utiliser des rampes hydrauliques pour décharger les fruits par gravité vers les courroies du transporteur. Habituellement, des fruits sont prélevés pendant cette opération afin de déterminer le niveau de maturation et la teneur en jus. Le niveau de sucre et d'acide sont déterminés et sont souvent utilisés comme base pour l'achat des fruits et les mélanges sélectifs de chargements afin d'atteindre des paramètres spécifiques de qualité, tels que le Brix, une mesure du contenu en sucre, et la proportion d'acide. Les proportions de sucre et d'acide déterminent au final les normes de qualité du produit ainsi que le goût et la couleur.

- **Jus d'Orange non fait de concentré (NFC)**

Ce jus d'orange est fabriqué et pasteurisé par chauffage instantané immédiatement après le pressage du fruit, sans retrait de l'eau contenue dans le jus. Le NFC n'est jamais concentré. Ses coûts de transport sont par conséquent plus élevés car pour expédier le même volume de NFC que de FCOJ, il faut en embarquer six fois plus. Le NFC peut être stocké surgelé ou au frais pendant au moins un an.

- **Jus d'orange fait de concentré (FC) et réfrigéré (RECON)**

Le RECON est un jus d'orange transformé dans le but d'obtenir un concentré surgelé, puis reconstitué par l'ajout ultérieur d'eau. Le jus d'orange reconstitué est normalement reconditionné par l'emballer ou l'industrie des boissons et vendu en tant un produit prêt à l'emploi, sous une forme fraîche ou aseptisée, commercialisée en bouteilles ou packs qui ne nécessitent pas d'être conservés au frais.

En outre, les agrumes peuvent être transformés afin d'obtenir d'autres produits alimentaires, tels que les produits déshydratés, de la marmelade ou des confitures (Teiko.2001).

I.5.3.Le sous-produit

Les sous-produits sont élaborés principalement par les industries de production du jus qui génèrent environ 8 à 20 millions de tonnes (Aboagye et al., 2016). La production de jus à partir d'agrumes, et plus principalement l'orange et le pamplemousse, engendre une perte équivalente à la moitié du poids du fruit, et par conséquent des sous-produits sont générés, à savoir les écorces et les pépins. Les sous-produits d'agrumes ont connu une valorisation ancestrale en l'alimentation du bétail (Lagha-Benamrouche et al., 2013).

Les écorces obtenues sont une source de mélasse, pectine, limonène, ainsi qu'une source intéressante de plusieurs composés, comme les composés phénoliques dont la flavone polyméthoxylée et la flavanone glycosylée. Ces résidus, une fois traités, trouvent plusieurs

applications dans différents domaines (alimentaire, pharmaceutique, cosmétique) (**Chen et al., 2012**), et présentent un avenir prometteur et rentable, comme une alternative dans un futur proche à travers leurs récupérations et leurs bonnes gestions par les agro-industries dans la production de bioéthanol (**Awan et al., 2013**).

I.5.4. Récupération des sous-produits des agrumes

La récupération des sous-produits des agrumes est un aspect économique important des opérations de transformation des agrumes, et elle est particulièrement appropriée lorsqu'un gros volume de fruits est transformé. Les sous-produits des agrumes les plus communs sont les huiles d'écorce, les arômes et les huiles essentielles, les cellules de pulpe congelées et les boulettes pour l'alimentation du bétail. La récupération des parties solides solubles à partir de la pulpe, communément appelé liqueur de pulpe, pourrait être une source de solides juteux pour la production de boissons à base de jus, et pourrait être un des meilleurs choix lorsque les prix des jus sont élevés (Teiko.2001). Les produits commerciaux tirés des agrumes ne comprennent pas que les jus ou les parties comestibles pour l'homme ; en raison de la composition assez spéciales des déchets , en raison de la quantité énorme de ces déchets disponibles sur place , des industries annexes sont devenues rentables ; beaucoup d'utilisation ont été possibles pendant les années de pénurie , une usine complexe tire plus profit de « sous produits » que des quelques produits classiques comme le jus ou la confiture, pour mettre un peu d'ordre logique dans l'étude des sous-produits, on peut les diviser selon plusieurs système de traitement

- **Produits bruts :**

- A. Huiles essentielles et dérivés
- B. Provendes : écorces séchées , mélasses , aliments composés
- C. Huile de pépin

- **Produits extractifs (nécessitant des opérations plus complexe) :**

- A. Pectines
- B. Acides citrique
- C. Flavonoïdes , extraits vitaminiques , colorants... etc

- **Produits transformés encore plus complètement :**

- A. Alcool éthylique, acide acétique , acide lactique , Butylène glycol.
- B. Levures
- C. Produits chimiques à partir des flavones ou des terpènes.

- **Huiles essentielles d'agrumes**

Les huiles essentielles sont des huiles volatiles obtenues par le pilage des écorces d'agrumes. Elles sont utilisées par l'industrie agro-alimentaire afin de donner de la saveur aux boissons et aux aliments. Elles sont également l'un des intrants de l'industrie pharmaceutique pour la

préparation de médicaments et de savons, de parfums et autres cosmétiques, ainsi que pour des produits d'entretien à usage domestique.

- **D-limonène**

D-Limonène est un élément de l'huile extraite des écorces ou des pépins de citron et d'orange. Il est considéré comme une des sources les plus pures de terpène monocyclique. Il est employé dans la fabrication de solvants industriels et en tant qu'élément de synthèse des autres matériels chimiques. Il est également utilisé comme élément de saveur et en composant aromatique

- **Granulés de pulpe de citron**

Les granulés de pulpe de citron sont le résultat de la conversion du zeste et de la pulpe qui ont été mis de côté lors de l'extraction du jus. Ils sont utilisés dans l'alimentation du bétail.

II.6. Pépins d'agrumes

En botanique, un pépin désigne la ou les graines qui se trouvent au centre d'un type de fruit particulier, la baie.

Plus précisément le pépin s'oppose au noyau sans critère de taille ni de nombre. Le pépin est considéré comme une graine nue alors que le noyau a une enveloppe dure en lignine.

Le raisin, la pomme, l'orange ont des pépins tout comme l'avocat. Les grains de café et les grains de poivre sont des pépins. La forme et la composition biochimique des pépins (notamment la présence d'une cire, d'une cuticule très dure, ou d'un mucilage en surface) sont généralement telles que les pépins peuvent être ingérés sans être digérés par les animaux qui mangent les fruits.

I.6.1. L'extrait de pépins d'agrumes et ses mille vertus

Il existe une large gamme de symptômes pour lesquels l'extrait de pépins d'agrumes peut être utilisé. Dans le cas où des bactéries, des virus, des champignons ou des parasites ont causé des maladies de la peau ou des muqueuses, l'extrait de pépins de pamplemousse peut restaurer les conditions naturelles de guérison en éliminant les agents pathogènes. De plus, plusieurs autres substances actives présentes dans les agrumes en font de redoutables alliés contre des bactéries telles la salmonelle, le E.coli, ainsi que contre des virus responsables entre autres de la grippe, de l'herpès et des ulcères d'estomac. Les premières applications cliniques des extraits de pépins d'agrumes se sont dirigées sur le candida albicans, avec succès. Cet agent pathogène fait partie de la famille des champignons qui peuvent envahir notre sphère digestive. Quelques protozoaires succombent également à la puissance des pépins d'agrumes. Quelques applications pratiques Outre les infections à candida, les extraits de pépins d'agrumes se sont avérés efficaces dans les cas de diarrhée, feux sauvages, verrues, ainsi que plusieurs affections des voies respiratoires comme la sinusite et les otites. Des applications inattendues ont aussi été recensées, comme pour

éloigner les puces de vos animaux domestiques, les araignées et les champignons de vos plantes d'intérieur et le lavage des planches sur lesquelles vous coupez vos aliments. En fait, en utilisant les extraits de pépins d'agrumes partout où il y a des pathogènes potentiels, vous en découvrirez les mille et une applications.

I.7. Huile de pépins :

Les fruits contiennent une proportion variable de pépins, les efforts de la production de fruits de table étant, bien entendu, orientés vers les fruits sans pépins. Cependant, les fruits dirigés vers l'industrie ont encore un nombre important de grains (les plants d'origine nucellaire donnent par exemple souvent des fruits à pépins), car la qualité de jus dépend d'autres facteurs.

Les pépins des agrumes, que l'on sépare facilement par tamisage du liquide sortant de l'extracteur du jus, sont lavés et séchés, quand c'est possible, dans le même séchoir que les autres déchets.

Partie II :

Matériel et méthodes

II. Matériel et méthodes

La méthodologie adoptée pour la réalisation de ce travail comporte 5 étapes, il s'agit :

- La récupération, le séchage et le broyage des pépins
- Extraction par solvant de l'huile des pépins de mandarine
- Caractérisation physico-chimique des pépins de mandarine
- Caractérisation physico-chimique de l'huile de pépin de mandarine
- Analyse chromatographique et le test Rancimat

Cette étude a été effectuée au niveau des différents laboratoires en fonction de la disponibilité du matériel Pendant 3 mois du mois de Février au mois du Mai :

- Laboratoire d'hygiène de Tipaza
- CRAPC (Centre de recherche scientifique et technique en analyses physicochimique)

II.1. Extraction de l'huile de pépins de mandarine

II.1.1. Matériel végétale :

Le matériel végétale utiliser dans notre expérimentation est la variété de *Citrus reticulata* (mandarine de BLIDA) cette variété appartient à la famille des Rutaceae, à la classe des Magnoliopsida, à la sous-classe des Rosidea. Les fruits ont été récoltés d'un verger dans la région d'Afroun wilaya de Blida pendant la période du mois du janvier au mois Mars.

II.1.1.1. Caractères descriptifs

Arbres :

Tableau 10 : Caractéristiques descriptifs de l'arbre de mandarine de *Citrus reticulata*

Vigueur	Forte
Port	Droit
Forme	Sphérique
Densité	Absente ou éparse
Epoque de débourrement	Précoce
Epoque de floraison	Moyenne
Floraison	Une seule fois par an
Rendement	Fort
Epoque de maturité de fruit pour la consommation	Précoce (de décembre au fin avril)



Figure 9 : un arbre portant les fruits Le mandarinier

Fruit :

Tableau 11 : caractéristiques descriptifs de fruit de mandarine *Citrus reticulata*

Calibre	Petit à moyen
Longueur	Moyenne
Diamètre	Grand
Position de la partie la plus large	Au milieu
Forme de fruit	Aplatie et asymétrique
Forme générale de la partie proximale	Aplatie
Col	Absent
Forme générale de la partie distale	Aplatie
Couleur prédominante	Orange foncé
Brillance	Forte
L'épaisseur d'écorce	Moyenne
Nombre de pépins	Très nombreux



Figure 10 : fruit de mandarine coupé au milieu

Jus de fruit :

Tableau 12 : caractéristiques descriptifs de jus de mandarine *Citrus reticulata*

Teneur	Très élevée
Acidité	Faible
Succulence	Elevée
Amertume de la chair	Absente
Arôme	Très forte



Figure 11 : jus pur de mandarine (soit le rendement de 40% en jus pour 1kg de fruit)

II.1.2.Récupération et préparation des pépins :

La récupération des pépins a lieu entre le mois de janvier à mars de l'année 2019 au niveau d'un verger à la commune de el Afroune wilaya de blida . Après la réception les mandarines subissent les traitement suivants :

La réception :

A la réception les mandarines sont triés nettoyées dechargé et lavées afin d'enlever les impurétés les boue etdes petites feuilles



Figure 12 : réception de la mandarine

L'extraction de jus :

L'extraction de jus de mandarine est réalisé à l'aide d'un presse à citron manuelle , pour un kilogramme (1Kg) de mandarine on a obtenu 360ml de jus, et 365g d'écorce.



Figure 13 : l'extraction de jus

Récupération et séchage :

Après extraction de jus ou consommation immédiat, les pépins sont séchés à l'air libre (température qui varrient entre 20°C et 25°C), pour 1Kg de mandarine on obtient 34g de pépins humide et 15g de pépins séchés.



Figure 14 : récupération et séchage

Broyage :

Après séchage, les pépins sont broyés à l'aide d'un moulin électrique pour avoir la poudre de pépins de mandarine.



Figure 15 : pesage des pépins broyés

II.1.3.Extraction d'huile

II.1.3.1.Extraction par solvant

Le principe

Le principe consiste à effectuer une extraction par un solvant organique

La poudre est épuisée en matière grasse par le passage de solvant.

Le solvant utilisé est: l'**éther diéthylique** (grâce à son point d'ébullition faible 37°C)

Une fois l'extraction terminée les solvants sont éliminés à l'aide d'un Rotavapor.

Cette extraction repose sur le principe suivant :

les composés apolaires comme les corps gras sont insolubles dans les composés polaire comme l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires tels que éther diéthylique . Le point d'évaporation de l'éther diéthylique étant inférieur à celui des matières grasses à extraire, il est donc très facile de les séparer par chauffage.

Mode opératoire

- Peser à 1 mg près 30 g de poudre de pépins.
- Introduire l'échantillon dans erlenmeyer
- Verser la quantité nécessaire de solvant (300 ml d'éther diéthylique) et boucher (on fait alors agir le solvant sur une macération)
- Agiter et dégazer plusieurs fois. Pendant 30 min
- Laisser le mélange précédent à décanter jusqu'à ce que les deux phases soient bien séparées
- Placer un filtre plissé dans un entonnoir. Placer un erlenmeyer sous l'entonnoir
- Verser le mélange solide/liquide dans le filtre et laisser filtrer.
- Recueillir le filtrat qui contient l'espèce extraite
- Le filtrat obtenu est passée dans un évaporateur rotatif de la marque BOECO Germany RVO 400SD (appelé également rotavap pour chasser par distillation la majeure partie du solvant, ce qui permet de récupérer les lipides seuls (la température d'ébullition des lipides est plus élevée que celle de l'éther diéthylique qui s'évapore le premier).
- Peser le ballon.



Figure 16: macération



Figure 17 : filtration



Figure 18 : le filtrat obtenu



Figure 19 : l'huile extraite



Figure 20 : photo de l'évaporateur rotatif BOECO Germany RVO 400SD (**Photo originale, 2019**).

Les opérations à mettre en œuvre pour éliminer le solvant sont :

- mettre en route le chauffage du bain-marie et attendre que la température de 37° C.
- mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- fixer le ballon contenant le mélange.
- mettre en route la rotation du ballon ;
- allumer le dispositif permettant d'abaisser la pression (trompe à eau ou pompe à vide) ;
- fermer la vanne pour mettre le montage sous pression réduite ;
- abaisser le ballon contenant le mélange à évaporer dans le bain-marie (le niveau de l'eau du bain-marie doit être à peu près celui du niveau du liquide).

Lorsque l'évaporation est terminée, on réalise les opérations ci-dessus en sens inverse :

- remonter le ballon contenant le mélange à évaporer pour le sortir du bain-marie ;
- ouvrir la vanne pour mettre le montage sous pression atmosphérique ;

- éteindre le dispositif permettant d'abaisser la pression (trompe à eau ou pompe à vide) ;
- arrêter la rotation du ballon ;
- détacher le ballon ;
- arrêter la circulation d'eau dans le réfrigérant ;
- arrêter le chauffage du bain-marie
- L'huile extraite est après filtré pour se débarrasser de tous les résidus.

a) Expression des résultats

La teneur en matière grasse totale exprimée en pourcentage de masse de produit, est donnée par la formule suivante :

Le rendement est calculé par la formule suivante :

$$Rdt = \frac{m_0}{m_1} \times 100$$

Où :

m_0 : Masse en grammes de l'huile évaporée

m_1 : Masse en grammes de la prise d'essai (les pépins broyés)

II.2. Caractérisation biochimiques des pépins de mandarine

II.2.1. Détermination de la teneur en matière sèche le (NA 1132/1990)

Principe

L'étuvage à 105°C élimine complètement l'eau contenue dans l'échantillon

Mode opératoire

- Peser les capsules vides (m_1) et après le tarier, introduire à peu près 5g (m_2) de pépins de mandarine dans chacune des capsules.
- Placer les capsules contenant les échantillons dans l'étuve à 105°C pendant 3H
- Retirer les capsules contenant les échantillons de l'étuve et les mettre au dessiccateur pendant 30mn.
- Peser les capsules contenant les échantillons secs (m_3)

Expression et résultats

$$\%MS = \frac{(m_3 - m_1) \times 100}{m_2}$$

Avec:

m_1 : masse de la capsule vide

m_2 : masse de l'échantillon humide

m_3 : masse de la capsule + échantillon sec

MS: matière sèche

$$\%H \text{ (humidités)} = (100-MS)$$

II.2.2. Détermination de la teneur en cendre (NF V 03-922, 2010)

Définition

La teneur en cendre est la mesure de la teneur totale en minéraux présents dans un aliment alors que la teneur en minéraux est la mesure de la teneur en un composé inorganique spécifique présent dans un aliment comme le Ca, Na, Cl, etc.

Principe

L'incinération d'un échantillon dans le four à Moufle à 500°C élimine complètement l'eau et la matière organique contenue dans l'échantillon.

Mode opératoire

- Peser les capsules vides (P_1) et après le tarie, introduire 2g de poudre de pépins dans chacune des capsules.
- Placer les capsules contenant les échantillons dans le four à 200 °C pendant 1,5h puis à 500 °C pendant 2,5h.
- Retirer les capsules contenant les échantillons du four et les mettre au dessiccateur pendant 30mn.
- Peser les capsules contenant les échantillons secs (P_3).
- Expression et résultats

$$\%MM = \frac{p3-p1}{p2-p1} \times 100$$

Avec :

P₁: masse de la capsule vide

P₂: masse en gramme de la capsule d'incinération chargée de la prise d'essai

P₃: masse de la capsule+cendre

MM: matière minérale

II.2.3.Détermination de la teneur en azote protéines (NF V 18-100, 2007)

Principe :

- La méthode utilisée est la méthode KJELDAHL consistant en :
- La minéralisation de la matière organique par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur approprié.
- L'alcalinisation des produits de la réaction.
- La distillation et le titrage de l'ammoniac libéré.

Expression des résultats:

Le pourcentage en azote est donné par la formule suivante :

$$\%N = \frac{14 \times V \times N \times d}{1000 \times P}$$

V: volume en ml de la solution d'acide sulfurique utilisé lors du titrage.

N: la normalité de la solution d'acide sulfurique utilisée lors du titrage. 20 g d'acide borique.

d : dilution du minéralisât

p : La teneur en protéine exprimée en pourcentage est obtenue en multipliant la teneur en azote par un coefficient de **6,25**.

II.2.4.Détermination de la teneur en sucres totaux (Méthode de DUBOIS et al, 1956)

Principe

La méthode de, DUBOIS et al (1956) permet de doser les oses et les hexoses utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré, en présence de ces deux réactifs les sucres donnent une couleur jaune-orange, dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des glucides (l'intensité optique est déterminé à 490 nm)

Mode opératoire

Extraction de sucres

- Peser une prise d'essais de 5g que l'on met dans un bêcher de 250ml.
- Ajouter 200ml d'eau distillée.
- Porter à l'ébullition dans un bain marie pendant 30-45 minutes.
- Filtrer dans un autre bêcher et ajouter 1.5 g de carbonate de sodium Na_2CO_3
- Porter à l'ébullition tout en agitant pendant 30 minutes, puis transvaser dans une fiole de 500 ml.

Clarification

- Additionner à l'extrait des petites quantités d'acétate de plomb à 10%, tout en agitant jusqu'à l'apparition d'un précipité qui se dépose au fond de la fiole.
- Ajouter l'eau distillée jusqu'au trait de jauge puis filtrer à l'aide d'un papier filtre

Élimination de l'acétate plomb

- Ajouter au filtrat une petite quantité d'oxalate de potassium pour précipiter l'acétate de plomb de la solution et filtrer la solution pour éliminer le plomb précipité

Dosage

- Prendre 5ml du filtrat dans 50ml d'eau distillée, à partir de cette solution.
- Prendre et introduire 2ml dans un tube à essai,
- Ajouter à la solution du tube à essai 0,1 ml de phénol à 80% puis 3ml d'acide sulfurique, concentré; agiter soigneusement et rapidement.
- Laisser refroidir (puisque la température peut atteindre 110 C).
- Lire la densité optique (DO) ou absorbance (A) à 490 nm.

Courbe d'étalonnage

- Préparer une solution mère de 1000 ppm (0.1g/100ml) de glucose (1 ppm = 1 µg/ml)
- Prélever 20ml de cette solution et compléter à 100ml
- A partir de 2mL de cette dernière solution, préparer les concentrations suivantes: 20,30, 40 et 50 ppm,
- Ajouter 0.1ml d'une solution de phénol à 80% et 3ml d'acide sulfurique concentré à 96%
- Laisser reposer pendant quelques minutes puis faire la lecture au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 490nm.

Expression des résultats

La teneur en sucre totaux est calculée à partir des concentrations obtenues de la courbe étalon du glucose, en appliquant la formule suivante:

$$\%S = \frac{X.D.V}{P} \times 100$$

Avec :

S: teneur en sucre totaux

D: dilution de la solution-mère

V: volume de la solution d'extraction

X: concentration calculée à partir de l'équation

P: le poids en grammes de la prise d'essai

II.2.5. Détermination de la teneur en cellulose brute, (Méthode de Weende, NF V 18-100, 2007)

Principe

Le principe de cette méthode consiste dans un premier temps à dégrader la matière organique facilement dégradable (les lipides, les protéines, les monosaccharides et oligosaccharide.. par l'acide sulfurique à chaude, la matière organique résistante (cellulose, lignines.) appelée également "cellulose brute" est éliminée par incinération

Mode opératoire

- Introduire 2g d'échantillon dans un ballon
- Ajouter 100ml d'une solution contenant 6,8 ml d'acide sulfurique (H₂SO₄) concentré
- Chauffer à ébullition à l'aide d'un chauffe-ballon pendant 30min, agiter si nécessaire.
- Retirer les ballons et laisser décanter pendant environ 10min (poser les ballons en position couchée)
- Eliminer le surnageant et laver avec de l'eau distillée.
- Récupérer la partie décantée dans un tube à centrifuger
- Centrifuger à 3000 tours/min pendant 10 minutes
- Ajouter 100ml d'une solution contenant 12.5g de NaOH
- Chauffer pendant 30 minutes

- filtrer puis récupérer le filtré et le mettre à l'étuve pendant 24 heures de 37°C
- Peser (m_1) puis mettre au four a moufle à 500 °C pendant 4 heures
- Retirer et met au dessiccateur pendant 30 minutes puis peser (m_2)

Expression des résultats

$$\%CB = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{M_{se}}$$

Avec :

m_1 : masse de la capsule +échantillon sec

m_2 masse de la capsule +cendre

M_{se} : masse de la matière sèche dans l'échantillon

II.3. Analyses physico-chimiques de l'huile de pépins

II.3.1. Densité à 20°C

Le rapport entre la masse volumique ρ d'une matière solide ou liquide et celle ρ_e de l'eau s'appelle sa densité.

Masse volumique d'une matière est la masse par unité de volume

Pour la comparaison des masses volumiques des solides et des liquides entre elles on a choisi un corps de référence : l'eau.

La densité, notée d , s'exprime de la sorte :

$$D = \frac{\rho_{\text{huile}}}{\rho_{\text{eau}}}$$

Où ρ_{huile} est la masse volumique de l'huile et ρ_e est la masse volumique de l'eau) 0.999g/cm³à 20°C.

II.3.2. Indice de Réfraction NFT 60-212. (AFNOR, 1984).

C'est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide, à une longueur d'onde définie, à la vitesse de propagation dans la substance.

L'indice de réfraction nous renseigne sur le groupe auquel appartient le corps gras. A 20°C, les huiles siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,480 et 1,523, les huiles demi siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,468 et 1,470.

Principe

Les mesures sont effectuées au réfractomètre d'ABBE, à une température de 20°C, la méthode Suivie est celle décrite dans la norme NFT 60-212. (AFNOR, 1984).

Mode opératoire

- Laver les prismes du réfractomètre à l'éther de pétrole.
- Les essuyer avec un chiffon propre très doux.
- Verser alors entre les prismes 2 à 3 gouttes d'huile.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.
- Lire l'indice de réfraction de l'huile à T°C=20°C.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.
- Lire l'indice de réfraction de l'huile à T°C=20°C : facteur de correction, fonction de la température, égal à 0.00035 pour T= 20°C

II.3.3.Détermination de l'acidité et l'indice d'acidité (A.O.C.S méthode 1989)

Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique

Principe

En premier lieu on effectue la neutralisation de la solution qui peut présenter un caractère acide. En deuxième lieu on effectue la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de KOH à chaud en présence de phénol phtaléine ; ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur.

Mode opératoire

- Préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisée (éthanol+quelques gouttes de phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, titrer le KOH jusqu'à l'apparition d'une coloration rose).
- Ajouter 10g de huile à analyser, qu'on fait dissoudre en portant sur une plaque chauffante, puis procéder à un deuxième titrage des AGL par KOH à 0,1N jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante (10 secondes) et noter la chute de la burette (V)

Expression des résultats

$$\% \text{Acidité} = \frac{M.N.V}{P} \cdot 100$$

$$\text{Indice d'acidité} = \frac{(V \times 56.1 \times N)}{p} = \% \text{Acidité}$$

Avec :

M: masse molaire d'acide oléique = 282g/mol

N : normalité de KOH à 0,1N

P : poids de la prise d'essai.

V : volume de KOH utilisé pour le titrage

II.3.4. Détermination de l'indice de peroxyde (A.O.C.S méthode réadaptée en 1992)

Définition

L'indice de peroxyde est la quantité de produits présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme, oxydant d'iodure de potassium dans les conditions opératoires décrites.

Principe

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, titrage de l'iode libéré par une solution titré de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire

- Peser à 0,01g près dans un flacon 5g d'huile, 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (1ml d'eau distillée + 0,5g d'iodure de potassium)
- Boucher aussitôt le flacon, agiter durant 1mn et le laisser durant une min à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75ml d'eau distillée
- Agiter vigoureusement en présence de quelques gouttes de l'empois d'amidon comme indicateur
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,01N
- Parallèlement à cette détermination, effectuer un essai à blanc

Expression et résultats

L indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif/kg d'échantillon, est égale à :

$$\text{IP} = \frac{T \times (V_1 - V_0)}{m} \times 1000$$

Avec

IP: Indice de peroxyde exprimé en méq O₂/kg

V₀ : le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc

V₁ : le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination.

T : la normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée

m: la masse en gramme de la prise d'essai

II.3.5. Détermination de l'indice de saponification (A.O.C.S. 1998)

Définition et principe

L'indice de saponification est le nombre de mg de potasse caustique (KOH) nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les glycérides d'un gramme de corps solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0.5 N.

Mode opératoire

- Peser dans un ballon à fond plat, 2g de l'huile de pépin.
- Ajouter 25ml, exactement mesurés, de potasse alcoolique [0.5N], et porter à l'ébullition sous un réfrigérant à reflux)
- Maintenir l'ébullition pendant 1 heure en agitant de temps en temps. Il convient de prolonger l'ébullition dans le cas des corps à haut point de fusion
- Titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique [0.5] en présence de phénophtaléine [1%]
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions pour titrer la liqueur alcoolique de potasse. (le blanc est une eau distillée).

Expression des résultats

$$\text{IS} = \frac{(C_1 - C_2) \times 28}{M}$$

Avec :

I.S: indice de saponification en mg KOH/g MG

M : la masse en gramme de la prise d'essai.

C1 : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc.

C2 : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai avec l'huile.

II.3.6.Détermination du profil en acides gras de l'huile des pépins de mandarine

Préparation des esters méthyliques d'acides gras

Principe

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique D'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (la méthode ISO 5509:2000).

Mode opératoire

- Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile.
- Ajouter 2 ml d'heptane et agiter.
- Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes.
- Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, contenant les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe.

Analyse chromatographique

Les esters méthyliques préparés par les différentes méthodes de méthylation sont soumis à l'analyse chromatographique par programmation de température

Produits utilisés

-Gaz vecteur : gaz inerte (Hélium)

- Gaz auxiliaire: hydrogène, air.

Appareillage

Le chromatographe en phase gazeuse (agilent technology) est constitué d'un dispositif d'injection, d'un four, d'une colonne capillaire, d'un détecteur à ionisation de flamme (F.L.D), et d'une micro seringue.

Conditions opératoires

- Température d'injecteur: 250°C
- Température de détecteur: 280°C
- gaz vecteur : hélium
- température du four 70°C (5min), 70-130°C (10°C/min), 130°C (2 min), 130-220 (3°C/min), 220 (4 min), 220-280°C (10°C/min), 280°C pendant 7 min.
- Injection en mode split: 1/20

Quantité injectée : 1 µL

Mode opératoire

- Laisser passer le gaz vecteur dans la colonne pendant 15 à 20 min pour chasser les impuretés, mettre en marche le four à la température de 70°C
- Mettre en marche le détecteur puis injecter de l'air et l'Hydrogène (pour allumer la flamme).
- Effectuer une programmation de température puis injecter 1 µl à l'aide de la Micro-seringue dans la chambre de combustion à 250°C, le produit est évaporé entraîné par le gaz vecteur à travers la colonne ou il est séparé.
- A la sortie de la colonne, le soluté brûle dans la flamme à l'hydrogène, créant ainsi un courant d'ionisation qui est amplifié puis enregistré sous forme de pic par l'enregistreur.

Expression des résultats

Le logiciel Chem Station est utilisé pour l'intégration des chromatogrammes. Les différents acides gras sont identifiés grâce aux pics d'un étalon interne

II.3.7.Détermination de la résistance à l'oxydation (Méthode Rancimat 743) par dispositif Rancimat 743 Metrohm

Principe

Avec la méthode rancimat, l'échantillon est exposé à un courant d'air à des températures variant entre 50 et 220°C. Les produits d'oxydation facilement volatils (en grande partie de l'acide formique) sont transférés à l'aide d'un écoulement d'air dans le récipient de mesure où ils sont ensuite absorbés dans la solution de mesure (eau distillée). Lors de l'enregistrement continu de la conductivité de cette solution de mesure, on obtient des courbes d'oxydation, dont le point de cassure est connu <<comme le temps d'induction >>. Ce dernier représente une mesure significative pour la stabilité à l'oxydation du produit analysé.

Mode opératoire

- Introduire 3 g d'huile dans le réacteur, en prenant garde de ne pas salir les parois latérales
- Placer dans le récipient d'absorption 60 ml d'eau distillée ou désionisée et installer les cellules de mesure de façon qu'elles plongent sans formation des bulles sous les trous latéraux, puis connecter les cellules de mesure.
- Mettre le réacteur avec l'échantillon pendant 5 à 10 min dans le bloque de chauffage, enclenche l'air (20 L/min) et branche les vases d'absorption, puis faire démarrer le Rancimat
- La température dépend de la stabilité à l'oxydation de l'échantillon. Elle se situe entre 70 et 160°C. On Travaille normalement à 120°C (basse stabilité, basse température)
- Le temps d'induction correspond à l'oxydation lente des AG, avec formation de peroxydes.
- Il n'ya pas formation des acides carboxyliques volatils. Cette phase correspond à la stabilité de l'huile. Après épuisement du temps l'induction, il se produit une oxydation rapide des AG et la formation des acides carboxyliques volatils. C'est la dégradation du produit. A cette étape, la conductivité augmente brusquement et le logiciel déclenche l'impression de la courbe d'oxydation

Expression des résultats

La stabilité de l'huile est proportionnelle au temps d'induction, elle est déduite de la courbe d'oxydation suivante :

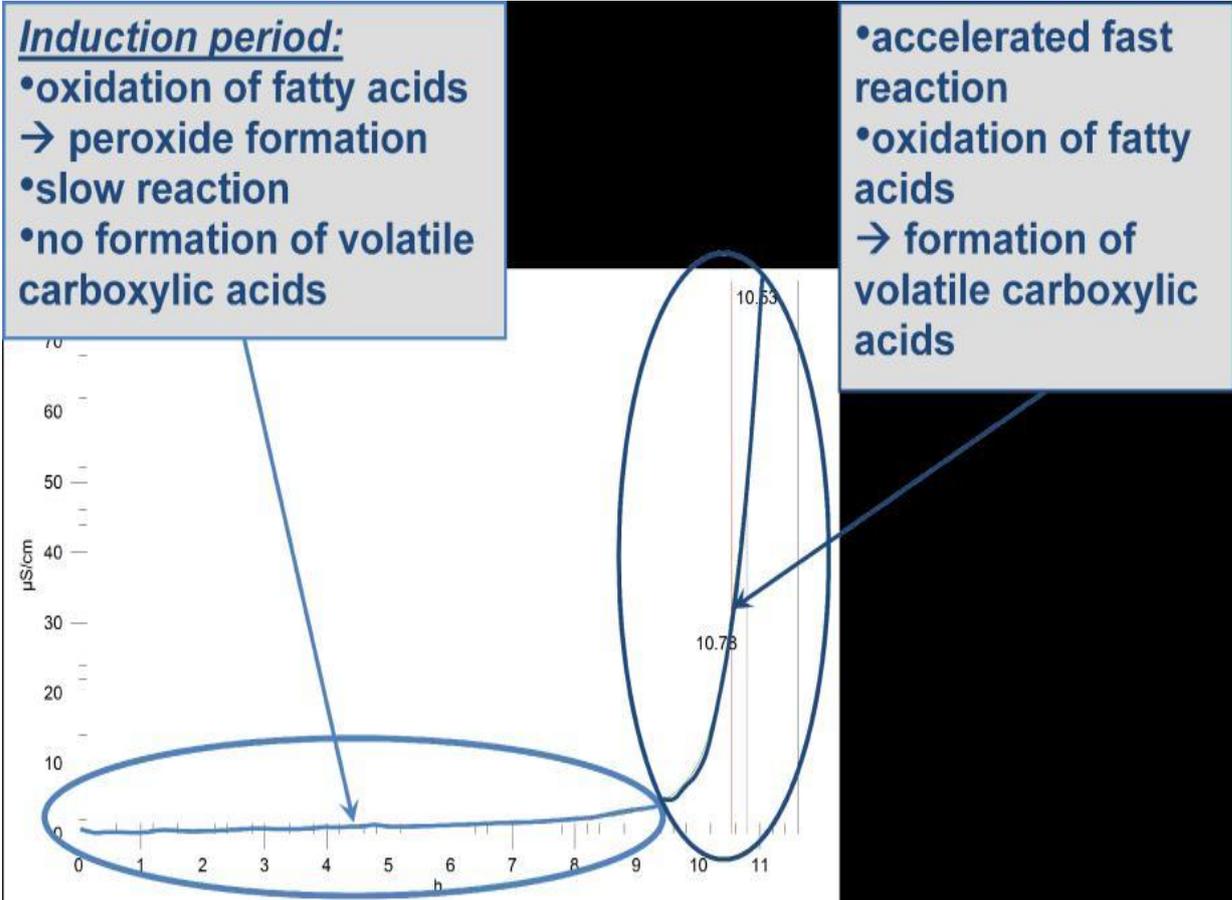


Figure 21: Courbe du test d'oxydation accélérée

Partie III :

Résultats et discussions

III. 1.Caractérisation physique morphologique du fruit

III.1.Description de la mandarine *Citrus reticulata*:

Les résultats concernant la description des fruits de la variété *Citrus reticulata* sont indiqués dans le tableau suivant :

Tableau 13 : La description du fruit de mandarine

Fruit	Description
Calibre	44-54 mm
Hauteur	30mm
Poids	60-100g
Couleur	Orange intense et brillante
Epaisseur de l'écorce	2,5-3 mm
Nombre de pépins	14-21 par fruit

Le calibre de nos fruits présente une forme sphérique et légèrement aplati correspondant à une taille de 44 à 54mm de diamètre ce calibre est inférieure à celui des autres agrumes qui représentent 79 à 90mm pour le citrons et 50mm des oranges, le poids des fruits a été mesuré à l'aide d'une balance et y'est compris entre 60 à 100g par fruit, ce poids est inférieure à celui des autres agrumes dont la moyenne pondérale est comprise entre un citron qui pèse 120 g en moyenne et une orange qui peut atteindre jusqu'à 200g par fruit.

Les fruits de cette variété de mandarine présente une couleur orange intense et brillante différente à celle du citron qui est de jaune vert et proximale à celle des oranges.

Les fruits sont caractérisés aussi par leurs écores fines de 3mm d'épaisseur et contenant un nombre important de pépins d'environ 24 pépins par fruit, cette caractéristique est apte à une éventuelle valorisation.

III.2.Rendement du fruit :

Le tableau ci-après montre les principaux produits et sous produit obtenus lors de la transformation de fruit en jus correspondant.

Tableau 14 : Rendement du fruit en produit et sous-produit

Produits	Jus	Ecorce	Pépins	Huile de pépins de mandarine
Rendement (%)	36%/1kg	35,6%/1kg	3,2%/1kg	17%(30g de poudre pour 300ml de solvant)

A travers ces résultats on peut considérer que cette variété de mandarine *Citrus Reticulata* est destinée à la production de jus qui a des caractéristiques agréables à la consommation et très apprécié à la consommateur (sucré, parfumé, moins acide..). D'autres par la forte teneur en pépins permet de procéder à l'extraction de l'huile. L'extraction de l'huile de pépins de mandarine *Citrus Reticulata* a été effectuée à partir des pépins séchés, cette extraction a permis la répartition d'huile à partir de 30g de pépins séchés à 14% d'humidité relative, soit un rendement de 17% de l'huile obtenue. Ce résultat peut apparaître relativement faible par rapport à la teneur des gaines oléagineuses de l'ordre de 20% de rendement pour l'huile de soja, 40% pour l'huile de colza et 55% pour l'huile de tournesol. Cette quantité obtenue lors de notre extraction peut devenir intéressante lorsque la quantité de pépins d'agrumes utilisée est plus importante. La culture des agrumes représente pour notre pays un segment stratégique. Selon les dernières statistiques (anonyme, 2016), l'agrumiculture couvre actuellement une superficie totale de : 58749 ha. La production totale avoisine les 1203752 tonnes toutes variétés confondues pour un potentiel de 1,5 à 2 millions de tonnes dès l'entrée en production des jeunes vergers ce qui produit par la suite 18056,28 tonnes de pépins secs et 3009,38 tonnes d'huile de pépins de mandarine *Citrus Reticulata*.

III.3. Caractérisation biochimique du matériel végétal

La composition biochimique des pépins de mandarine utilisées lors de l'expérimentation est indiquée dans le tableau 15.

Cette composition décrit de façon quantitative le matériel végétal destiné à l'extraction de l'huile.

Tableau 15 : composition biochimique de pépins de mandarine

Composition biochimique de pépin	Teneur en % de matière sèche
Matière sèche	86%
Humidité	14%
Cendre	2,5%
Protéines	10,41%
Sucres totaux	0,13%
Cellulose brute	9,5%

D'après les résultats ci-haut la détermination de la teneur en MS des pépins préalablement séchés au soleil montre un taux de matière sèche de 86% et un taux d'humidité de 14%, un taux favorable à l'extraction de l'huile. Cette valeur relativement faible permet d'abaisser l'activité de l'eau qui est responsable des réactions d'altération et d'assurer un bon stockage des pépins. Des études ont montré que lorsqu'on diminue la teneur en eau on obtient un meilleur rendement en huile. Ces résultats correspondent à la teneur en eau dans le pépins de raisin destiné à l'extraction d'huile qui est de 14,51% et d'un poids sec de 85,48% ; contrairement il est relativement élevé par rapport à la poudre de grains de tomate qui est de 6,97% de teneur en eau et de 93,03% de matière sèche.

Les cendres totales sont le résidu de composés minéraux qui reste après l'incinération d'un échantillon contenant des substances organiques d'origine animale, végétale ou synthétique. La détermination de la teneur en cendres peut apporter des informations sur la qualité de l'échantillon à analyser. En effet seul les basses teneurs en cendres de produits sont acceptables pour la consommation humaine ou animale.

Les résultats obtenus montrent un taux de cendre de 2,5%. Ce résultat est un peu moins élevé que celui obtenu par Farouq et al (2008) dont la teneur en cendre qui a été rapporté de l'ordre de 5,60%. Nous avons constaté que la teneur de notre échantillon en cendres est comparable avec celles de blé et de l'avoine qui sont d'une valeur de 2% en MS.

La variabilité de la teneur en matière minérale peut être influencée par différents facteurs comme :

- La nature des sols et les conditions de culture (l'utilisation des fertilisants).
- Manipulation et pesé de cendre : Les cendres sont très légères et ont une masse habituellement faible. De plus, certaines cendres, contenant du carbonate de potassium, sont hygroscopiques.

La méthode KJEDAHN est la méthode de référence pour la détermination des protéines dans les aliments, Les protéines de réserve des graines végétales représentent par leur diversité, leur différence au niveau des propriétés physicochimiques et de la composition en acides aminés, un potentiel intéressant à valoriser La détermination de la teneur en protéines brutes est l'un des critères utilisé pour valoriser la qualité nutritionnelle d'un aliment.

Le résultat de la détermination de la teneur en protéines est de 10,41%, cette valeur est un peu plus élevée que celle obtenue par Farouq (2008) qui est 9,56%. Notons que nous avons utilisé la même méthode de KJEDAHN que l'auteur cité ci-dessus. Le tableau suivant montre les principaux facteurs utilisés avec la méthode KJEDAHN

Tableau 16 : Teneur en protéine de quelques aliments

Aliments	Teneur (%)
Amandes	5,18
Arachides	5,46
Noix de Brésil	5,46

Au vue de ces résultats les pépins de mandarine dispose un potentiel relativement important et élevé en protéine que celui des amandes (5,18),des arachides (5,46) et des noix 5,46 %.Su la base de ces résultats, la compositions biochimiques des pépins de mandarine favorise leurs utilisation à la fois en alimentation animale et pou l'extraction de l'huile.

Le résultat obtenu lors de la détermination de sucres totaux (oses et hexoses) par la méthode de Dubois montre un taux de 0,13%, ce résultat est dû au goût amer des pépins.

La teneur en cellulose brute de notre matériel végétal est de 9,5% de MS. Cette valeur est plus élevée que celle obtenu par Farouq (2008) qui est de 6,5% ce résultat rapporté à la quantité des résidus montre un potentiel en fibres alimentaires intéressant et bénéfique los de la digestion des aliments.

III.4. Propriétés physico-chimiques de l'huile de graines de *Citrus reticulata*

Les résultats des analyses physico-chimiques sont indiqués dans le tableau suivant :

Tableau 17 : Paramètres physico-chimiques de l'huile de *Citrus reticulata*

Paramètres physico-chimiques	Valeurs
Densité à 20°C (g/cm ³)	0.8
Indice de réfraction à 20°C	1.4677
Indice d'acide (mg KOH/g d huile)	5.6
Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile)	199.155
Indice de peroxyde méqd'O ₂ /kg	114.8

III.4.1. Propriétés physiques

III.4.1.1. La densité

La densité relative d'une huile est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20°C.

C'est l'un des critères de pureté qui indique la présence de corps étrangers, la densité de l'huile est mesurée à une température de 20°C

La valeur de densité obtenue dans cette analyse est de l'ordre de 0,800.

La mesure de la densité, à cette température (20°C), nous a permis de comparer nos résultats à ceux de la littérature.

L'huile de pépins de *Citrus reticulata* possède une valeur presque similaire à la densité de l'huile palme 0.891 et proche de celle de l'huile d'olive dont la norme donnée par le codex alimentarius est de 0.910-0.916

Cependant, elle est inférieure aux densités des autres huiles réunies dans le **tableau n°18**

Tableau 18 : Densités de quelques huiles végétales

Huiles végétales	Densité a 20 °C
Olive	0,910
Tournesol	0.920
Mais	0.919
Argan	0.917
Mandarine	0.800

III.4.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction « **R** » des huiles varie en fonction de leurs insaturations. Il croît avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses.

En fonction de l'indice de réfraction, on peut classer les corps gras en deux groupes :

(Adrian *et al*, 1998).

- Les graisses lauriques végétales : dont l'indice de réfraction est compris entre $R = 1,448$ et $R = 1,458$.
- Les huiles végétales : dont l'indice de réfraction est compris entre $R = 1,468$ et $R = 1,490$.

L'indice de réfraction nous renseigne sur la pureté et le groupe de l'huile.

A 20°C les huiles siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,480 et 1,523. Les huiles semi siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,470 et 1,476 et les huiles non siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,468 et 1,470.

L'indice de réfraction lié à l'insaturation est influencé par nombreux autres facteurs : acidité, degré de dilution, oxydation, polymérisation, existence de fonction secondaire sur les molécules (Loiseleur , 1963). Notre huile est classée comme semi-siccative avec un indice de réfraction de l'ordre de 1.4677 à 20°C , Cette valeur est en accord avec d'autres auteurs qui donnent une valeur de l'indice de réfraction autour de $R = 1.4639-1.4670$ (Farooq *et al* ,2008)

Ollé (2002) a proposé une classification des huiles en fonction de leur composition en acide gras majoritaire (acide oléique, acide linoléique, acide linoléique) et leur indice de réfraction. A titre comparatif, on donne les indices de réfractions de quelques huiles végétales (voir tableau n°19)

Tableau 19: Indices de réfraction de quelques huiles (Ollé ,2002)

Différentes huiles	Indice de réfraction	Classification des huiles(Ollé)
Olive	1,466-1,468	Huile riche en acide oléique 1,468<R<1,472
Pépins de mandarine	1.4677	
Tournesol	1,472	Huiles riches en acide linoléique 1,471<R<1,477
Argan	1,4711	
Nigelle	1,472	
Sésame	1,470	
Foie de morue	1,481	Huiles riches en acide linoléique 1,480<R<1,523

La lecture de ce tableau nous permet de prévoir de façon approximative que l'huile de pépins de mandarine contiendrait majoritairement l'acide oléique.

III.4.2. Propriétés chimiques

III.4.2.1. Indice d'acide

L'indice d'acide définit la qualité de l'huile. Il caractérise la pureté et la stabilité des huiles à la température ambiante.

L'huile de pépins de *Citrus Reticulata* présente un indice d'acide 5.6 mg KOH/g d'huile, il est supérieur à ceux de la plupart des huiles usuelles tels que le soja (max.3 mg KOH/g) et tournesol (max.4mg KOH/g d'huile) et comparable à l'huile d'olive qui varie de 2 à 16 (mg KOH/g d'huile) d'huile.

Notre résultat est un peu plus élevée que celui obtenu par **Umer et al, (2009)** 2.80 mg KOH/g d'huile et par **Farooq et al. (2007)** de l'ordre 0.5-2.2mg KOH/g d'huile.

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acide gras des triglycérides (**ABAZA et al, 2002**).

Cette valeur est supérieure à celle établie par la norme Codex Alimentarius (1981) qui classent les huiles qui ont une acidité de 2,0 à 4,0 mgKOH/g dans la catégorie des huiles vierges, on peut dire que notre huile n'est pas une huile vierge, contrairement à notre huile dont l'extraction a été effectuée par solvant et à chaud.

A titre indicatif, nous donnons les indices d'acides de quelques huiles végétales, pour comparer avec l'indice d'acide de l'huile de pépins de mandarine :

Tableau 20: Indices d'acide de quelques huiles végétales

Différentes huiles végétales	Indice d'acide mgKOH/g
Olive	1-3
Tournesol	0.4
Pépins de mandarine	5.6
Argan	0.9-2.6
Sésame	4.74

La forte valeur d'indice d'acide ne confère pas une bonne stabilité à notre huile, il faut la conserver dans des conditions adéquates en absence d'air, de lumière et à températures basses.

III.4.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenus dans un gramme de corps gras et susceptibles d'oxyder l'iodure de potassium. Il est exprimé en microgrammes par gramme ou plus souvent en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme.

L'indice de peroxyde est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction .

C'est un critère très utile pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative.

La valeur de l'indice de peroxyde mesurée dans cette étude est de l'ordre de 114.8 meqO₂/Kg d'huile ; valeur relativement assez élevée, par rapport au résultat de **Umer et al, (2009)** d'environ 2.56 meqO₂/Kg d'huile.

Il a été démontré que les huiles fraîches ont un indice de peroxyde inférieur à 10 meqO₂/kg et elles deviennent rances quand l'indice de peroxyde se trouve dans la plage de 20 à 40 meqO₂/kg **Onyeike et al., (2002)** .

L'indice de peroxyde de notre huile est élevés par rapport aux valeurs citées par la norme de Codex Alimentarius (max 10 meq d'oxygène actif /Kg d'huile)

Cela veut dire que notre échantillon est relativement oxydé. Cette oxydation peut être due aux conditions et à la durée de conservation ou bien à la température élevée exercé par le rotavap pendant l'élimination du solvant (éventuelle réaction de thermo oxydation avec formation de peroxydes)

III.4.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification est lié aux autres indices, comme l'indice d'acidité (IA) et l'indice d'ester (IE), par la relation: $IS = IE + IA$.

La quantité de potasse KOH utilisée dans la mesure de IS varie avec la masse molaire des acides gras, plus la masse molaire (PM) est élevée, plus l'indice de saponification est faible.

En effet, plus le PM est élevé plus les chaînes carbonées des acides gras sont longues et moins labiles (hydrolysables), ceci rend compte que IS varie inversement avec le PM des lipides. L'indice de saponification est donc une mesure indirecte de la masse molaire des acides gras, il permet de classer les huiles en fonction de la longueur des chaînes d'acides gras qui les composent, critère lié au poids moléculaire (PM) des acides gras

Si le corps gras est un triglycéride pur, l'indice de saponification permet de connaître son poids moléculaire. ainsi, si on utilise KOH dans la saponification, $PM = (3 \times 56 \times 10^3)/IS$, avec

IA = 0 (huile pure).

Si le lipide analysé est un mélange de glycérides et d'acides gras libres, la mesure de IS ne permet pas de connaître directement sa masse molaire, dans ce cas, il faut d'abord déterminer l'indice d'acide et calculer l'indice d'ester et $PM = (3 \times 56 \times 10^3) / IE$.

La masse molaire de notre huile est égale à 867,970 g/mol

La valeur de l'indice de saponification trouvée dans cette étude est de l'ordre de 199.155 (mg de KOH/g d'huile).

L'indice de saponification de huile de pépin de mandarine étudiée par **Farooq *al.*(2007)** et **Umer *et al.*(2013)** sont de 180.9 à 198.9 et 190.65 ; respectivement ,c'est-à-dire dans le même ordre de grandeur que l'indice trouvé pour notre huile

Les indices de saponifications de différentes huiles végétales sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 21: Indices de saponification de différentes huiles végétales

Différentes huiles végétales	Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile).
Olive	185-200
Tournesol	188-194
Argan	189-193
Pépins de mandarine	199.155

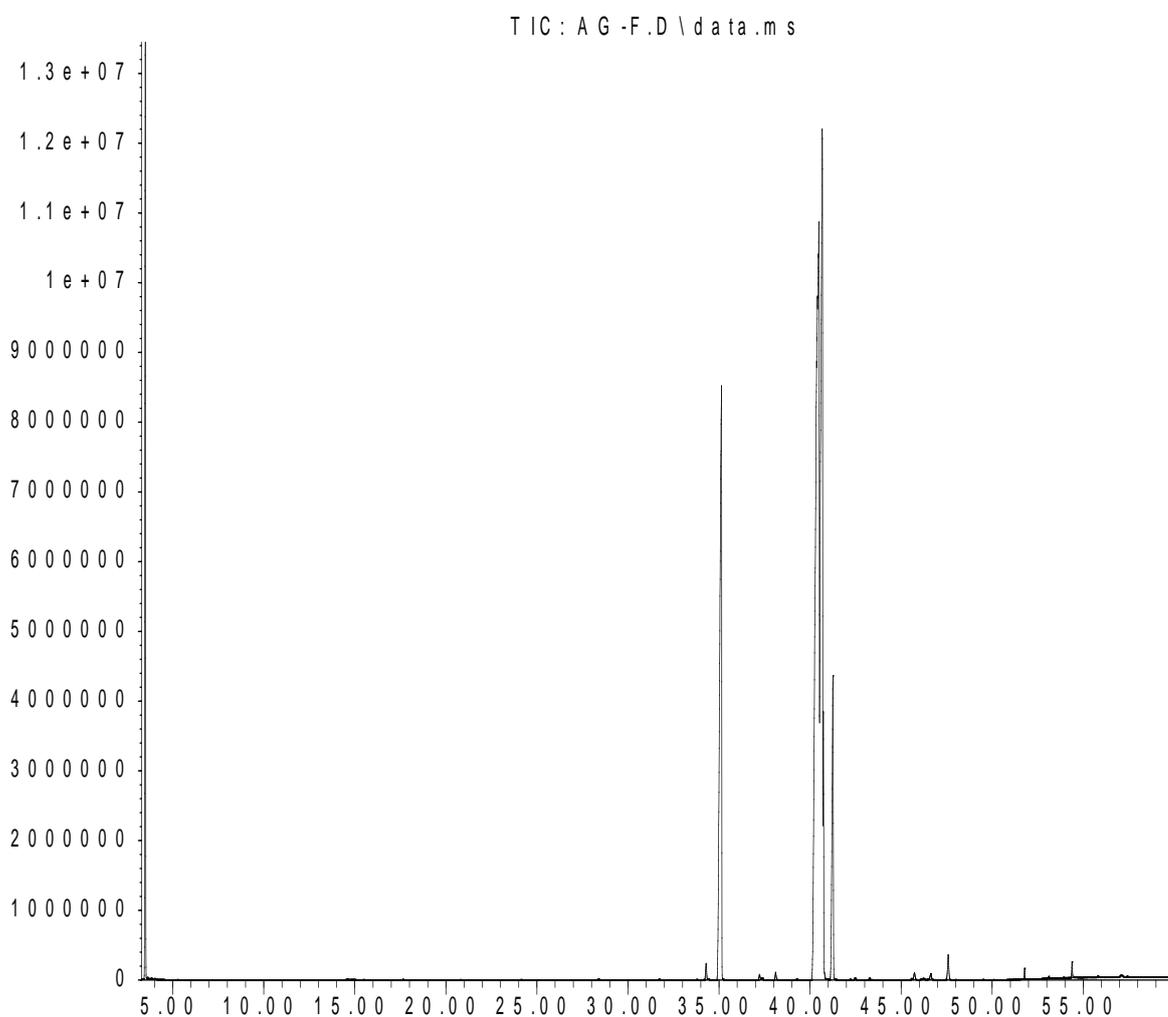
Par rapport aux autres huiles végétales, l'indice de saponification de l'huile de pépins de mandarine semble être plus élevé, ce qui pourrait indiquer la présence d'acide gras à chaîne carbonée pas trop longues, cette valeur permet d'utiliser l'huile de pépins de mandarine en savonnerie.

III.5. Résultats de la détermination du profil en acides gras de l'huile de pépins de mandarine :

La composition en acides gras de notre huile a été déterminée par C.P.G. La Figure 22 représente le profil chromatographique de cette huile. Ce profil révèle la présence 25 pics correspondant aux différentes substances présentes dans l'huile de pépins de mandarine. Le tableau 22 résume Les principaux constituants dont la teneur est comprise entre 0,46 et 39,94%. L'identification de ces composés a montré qu'il s'agit d'acides gras dont le nombre d'atomes de carbones est compris entre 16 et 20.

Cette analyse chromatographique a montré que notre huile est insaturée elle contient des AGI avec un taux de 65,59% dont l'acide linoléique est de 39,94% et l'acide oléique d'un taux de 22,03%, son taux d'insaturation défini par le rapport AGI/AGS est de 2.98 %.

Abundance



Time -->

Figure 22: chromatogramme de l'huile de pépins de mandarine *Citrus reticulata*

Tableau 22 : Composition en acides gras de l'huile de graines de *Citrus reticulata* exprimée en % des acides gras totaux

Acides gras	Dénomination	% Acides gras totaux
C16:0	Acide palmitique	16.32
C18:0	Acide Stéarique	5.54
C18:1 ω9	Acide oléique	25.65
C18:2 ω6	Acide Linoléique	39.94
C20 :0	Acide arachidique	0.46
Σ Acides gras saturés AGS	-	22.03
Σ Acides gras insaturés AGI	-	65.59
ΣAcides gras mono insaturés AGMI	-	25.65
Acides gras polyinsaturés AGPI	-	39.94
AGI / AGS	-	2.98

Le tableau 22 donne les résultats de l'analyse par CPG des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de l'huile de pépins de mandarine. Cette huile est de type linoléique étant donné que son AG majoritaire est l'acide linoléique.

Les résultats indiqués dans le tableau montrent une composition en acides gras comparable à celle obtenue par Ajwale et al (1993) et Farouq et al (2008).

Les acides gras insaturés de notre échantillon ont une teneur de 65,59% sont : l'acide gras mono-insaturé (AGMI) l'acide oléique (C18 :1) d'une teneur de 25,65%, cette valeur est un peu

moins élevée à celle obtenue par Ajwole et al (1993) qui est de 29%, et un peu plus élevée à celle obtenue par Farouq et al (2008) qui est de 24,05%.

La composition de l'huile de pépins de mandarine analysée en acides gras polyinsaturés (AGPI) s'agit de l'acide linoléique (C18 :2) qui représente 39,94%, cette teneur est plus élevée que celle rapportée par Ajwole et al (1993) d'environ 29% et par Farouq et al (2008) de l'ordre de 36,26%. Compte tenu de sa teneur en acide gras insaturés, l'huile de pépins de mandarine constitue une bonne source d'acides gras essentiels (AGE). Cette caractéristique lui confère d'importantes propriétés métaboliques. Les AGI de la famille des « oméga-3 » et « oméga-6 » sont des acides gras essentiels pour l'homme et les animaux, ils sont impliqués dans différentes fonctions de l'organisme et leur carence peut conduire à de sévères anomalies physiologiques (retards de croissance, troubles cutanés et rénaux, etc.).

La haute teneur en acides gras insaturés peut probablement aider à réduire les maladies cardiaques (Ajwole et Adeyeye,1991), par conséquent le raffinage de l'huile de pépins de mandarine *Citrus Reticulata* peut constituer un élément utile pour la formulation d'huile comestible ou dans la fabrication du savon , l'huile de pépins de mandarine ne sèche pas en raison de l'absence des acides gras conjugués (acides gras trans), donc elle peut être intégrée dans l'industrie des peintures ou de la fabrication des vernis. La nature hautement insaturés de l'huile de pépins de mandarine aura un effet délétère sur la qualité du stockage des jus et des fruits. les fabricant donc doivent prendre en considération l'élimination des pépins pour éviter toute éventuelles réactions d'oxydation pendant le stockage.

La classe la moins représentée est celle des AGMI d'un taux de 25.65% représenté d'acide oléique. Par ailleurs, les critères de l'huile étudiée a attribué à la présence prédominante de l'acide linoléique AGPI d'un taux de 39,48%.

La somme totale en AGS trouvée dans l'huile de pépins de mandarine est un de 22,03% inférieure que celle obtenu par **Umer et al.(2009)** , **Ajewol et al .(1993)** et **Farooq al.(2007)** sont de 30.91% , 28.7 % et 30.77 % respectivement.

Cette valeur est supérieure à celle trouvée dans l'huile d'olive qui est de l'ordre de (15, 3 %) (**DUBOIS et al, 2007**).

Les acides gras saturés sont des molécules lipidiques au sein desquelles tous les atomes de carbone portent le maximum d'atomes d'hydrogène possible. Aucun atome d'hydrogène ne peut être ajouté, le corps gras est dit "saturé" et toutes les liaisons entre les atomes de carbone sont simples. Les acides gras saturés sont trouvés principalement dans les produits d'origine animale : lait fromage, viande rouge mais aussi dans certaines huiles végétales comme l'huile de coco et l'huile de palme. Leur particularité est qu'ils sont solides à température ambiante. L'impact des matières grasses saturées sur l'organisme dépend de l'aliment que vous consommez et de

leur quantité ! Longtemps, les acides gras saturés ont été accusés de former le mauvais cholestérol dans l'organisme, qui conduit à boucher les artères. Pourtant, en quantité raisonnable, les acides gras saturés sont bons pour l'organisme car ils lui fournissent de l'énergie et lui apportent des vitamines (A, D, E, K). Ce dogme du "mauvais gras", ce lien direct entre consommation d'acides gras saturés et maladies cardiovasculaires a été remis en question par une série d'études scientifiques, voilà une dizaine d'années. Puis clairement abandonnée, en 2014, après une vaste enquête de plusieurs prestigieuses universités européennes et américaines, rassemblant 72 études menées auprès de 600 000 personnes, dans 18 pays (**Cardenas,2018**).

La comparaison du profil en acides gras de l'huile de pépins de mandarine par rapports à ceux des principales huiles végétales consommées en Algérie est donnée dans le tableau 23 suivant :

Tableau 23 : comparaison du profil en acides gras de l'huile de pépins de mandarine aux principales huiles végétales consommées en Algérie

Acides gras	Huile de pépins de mandarine	Huile de soja	Huile de maïs	Huile d'olive
C12 :0	0	0-0,1	0-0,3	-
C14 :0	0	0-0,2	0-0,3	0-0,5
C16 :0	16,31	5-7,6	8,6-16,5	7,5-20
C16 :1	-	0-0,3	0-0,5	0,3-3,5
C17 :0	0,12	0-0,2	0-0,1	0-0,3
C17 :1	-	0-0,1	0-0,1	0-0,3
C18 :0	5,54	2,7-6,5	2-5,4	0,5-5
C18 :1	25,65	14-39,4	17-30	55-83
C18 :2	39,94	48,3-74	48-59	3,5-21
C18 :3	-	0-0,3	4,5-11	-
C20 :0	0,46	0,1-0,5	0,1-0,6	0-0,6
C20 :1	-	0-0,3	0,1-0,5	0-0,4
C20 :2	-	0	0-0,1	-
C22 :0	-	0,3-1,5	0-0,7	0-0,2
C22 :1	-	0-0,3	0-0,3	-
C22 :2	-	0-0,3	0	-
C24 :0	-	0-0,5	0,05	0-0,2
C24 :1	-	0	0	-

Source : CODEX STAN 210-1999 ; CODEX STAN 33-1981

Au vu des données précédentes, il s'avère que l'huile de pépins de mandarine ressemble à l'huile de maïs par rapport à tout les acides gras.

L'huile de soja peut être comparée à l'huile de pépins de mandarine, cette huile diffère par sa teneur en un seul acide gras, à savoir l'acide palmitique (C16 :0) dont la teneur dans l'huile de soja est de 5 à 7,6%, alors qu'elle est élevée de 16,31% dans l'huile de pépins de mandarine.

L'huile d'olive peut être comparée à l'huile de pépins de mandarine qui diffère par sa teneur en acide linoléique (C18 :2) d'une valeur de 3,5 à 21% alors qu'elle est plus élevée dans l'huile de pépins de mandarine (39,94%).

III.6. Résultats de la détermination de la résistance à l'oxydation :

La méthode Rancimat est un test de vieillissement accéléré. Lors d'une augmentation constante de la température dans la cuve de réaction, de l'air est envoyé à travers l'échantillon. Les acides gras sont alors oxydés. En fin de test apparaissent des produits secondaires, volatils, de la réaction qui sont conduits par flux d'air vers un béccher de mesure où ils sont absorbés par une solution de mesure (eau distillée). La conductivité électrique enregistrée en continu augmente avec l'absorption des produits secondaires ioniques de la réaction. Le temps jusqu'à apparition des produits secondaires de la réaction est appelé temps d'induction. Il caractérise la stabilité à l'oxydation des huiles et des graisses.

Les résultats obtenus au cours de cette détermination sont donnés dans les deux figures :

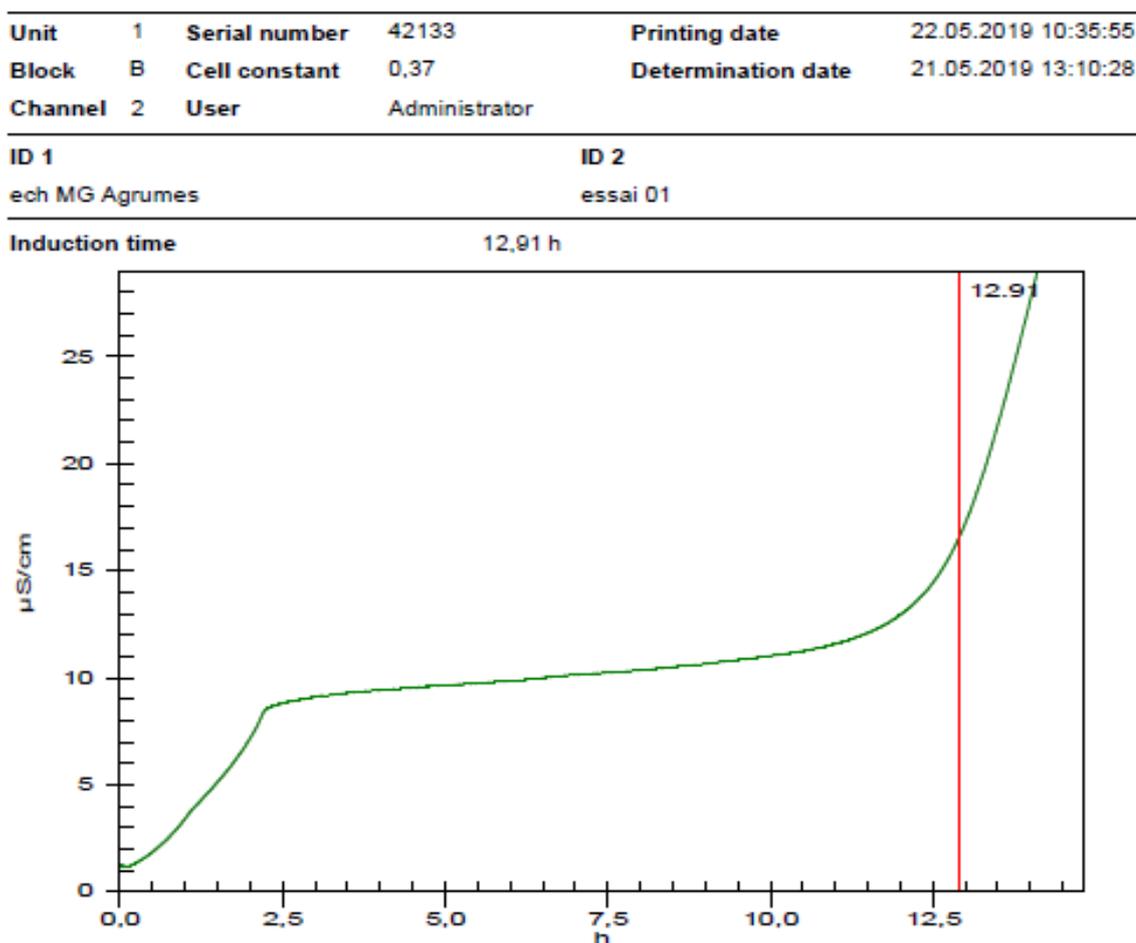


Figure 23: courbe de temps d'induction de 1^{er} essai de l'huile de pépin de mandarine à la température de 25°C

Unit	1	Serial number	42133	Printing date	22.05.2019 10:36:26
Block	B	Cell constant	0,23	Determination date	21.05.2019 13:10:18
Channel	3	User	Administrator		

ID 1	ID 2
ech MG Agrumes	essai 02

Induction time 12,12 h

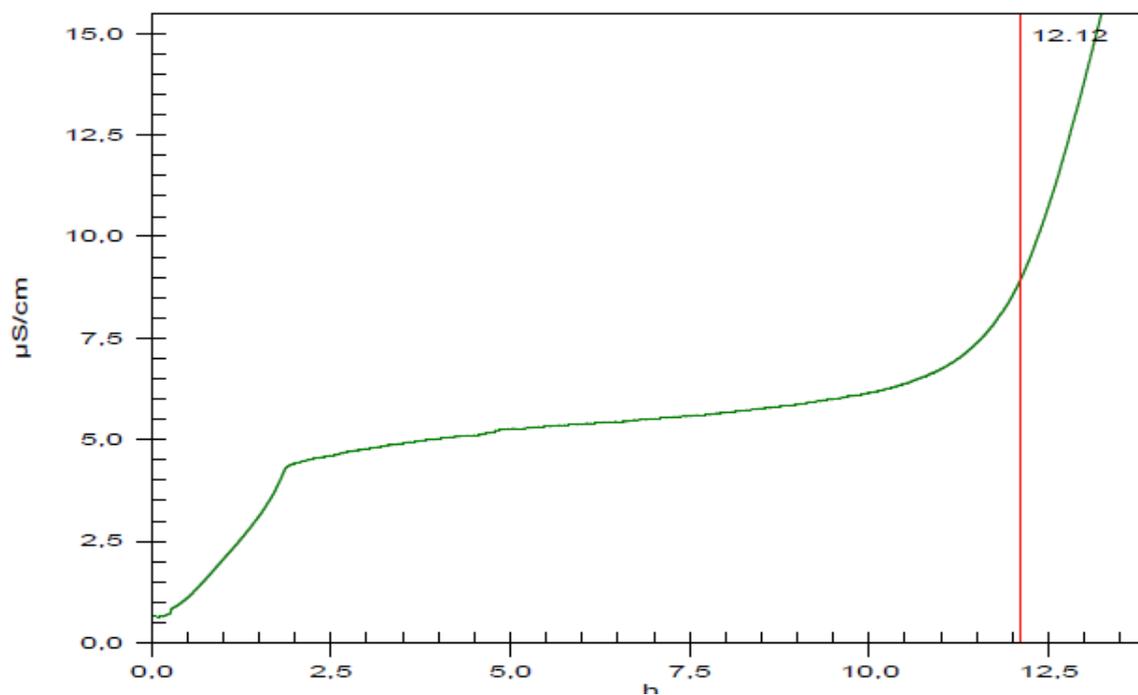


Figure 24 : courbe de temps d'induction de 2^{ème} essai de l'huile de pépin de mandarine à la température de 15°C

Les figures ci-haut montrent que temps d'induction de l'huile de pépins de mandarine est de 12,91h à 25°C et de 12,5h à 15°C, ces résultats permettent d'estimer la durée de conservation à une température définie.

Conclusion

Conclusion :

Le présent travail constitue une contribution à une meilleure connaissance de l'huile des pépins de mandarine *Citrus reticulata* afin de promouvoir sa mise en valeur.

L'analyse biochimique des pépins de mandarine a donné les résultats suivants : une teneur en humidité de 14%, 2,5% de cendres, 10,41% de protéines, 9,5% de fibres, 0,13% en sucres totaux, La teneur relativement faible en humidité de 14% permet d'abaisser l'activité de l'eau et d'assurer un bon stockage des pépins.

La richesse des pépins en protéines fait de cette dernière une très bonne source en protéines en alimentation animale.

Le rendement d'extraction de l'huile par solvant en utilisant l'éther di-éthylique est de l'ordre de 17%. Le rendement d'extraction d'une l'huile varie selon la méthode et le solvant utilisé.

Les valeurs obtenues pour les différents indices physico-chimiques sont conformes à celles citées dans la littérature caractérisant les huiles végétales, avec un indice de réfraction de l'ordre. 1.4677, et la densité de notre huile est de l'ordre de 0. 8.

L'huile de pépins de mandarine présente des teneurs relativement élevés en indice d'acide (5,6 mg/g de l'huile) et en indice de peroxyde (114.8 meq O₂/Kg de l'huile) ce qui ne confère pas une bonne stabilité de notre huile , donc il faut la conservé dans des condition adéquates en absence d'air , de lumière et à des températures basses ou procéder à une étape de raffinage pour la rendre comestible, le test rancimat ainsi a montré une courte durée de conservation d'huile à des températures relativement basse (25°C et 15°C).

En revanche l'huile de pépins de mandarine a une forte teneur en indice de saponification qui est de 199.155 (mg de KOH/g d'huile) qui favorise son utilisation dans l'industrie savonnière.

L'analyse du profil en acides gras par CPG met en évidence la richesse de l'huile en acides gras insaturés dont l'acide linoléique est prédominant avec une teneur moyenne de 39,94% suivi de l'acide oléique avec une valeur de l'ordre de 25,65%, le contenu en acides gras saturés est représenté principalement par l'acide palmitique 16,31% et l'acide stéarique 5,54 % et l'acide arachidique d'une teneur de 0,45%.

L'acide oléique présent dans l'huile de pépins de mandarines lui confère des propriétés nutritionnelles et technologiques assez intéressantes notamment en termes d'action favorable exercés par les acides gras mono-insaturés sur l'évacuation du cholestérol. Bien que la présence d'une grande quantité d'acide linoléique dans notre huile favorise sa sensibilité à la peroxydation, lipidique. En outre, les acides gras mono saturés confèrent à l'huile une certaine stabilité oxydative durant les applications culinaires de fritures.

D'autres parts l'acide linoléique (oméga-6), acide gras essentiel pour l'organisme permet de diminuer le taux de cholestérol LDL ainsi que d'être le précurseur de molécules hautement actives responsables des réactions de l'inflammation, et de l'agrégation plaquettaire.

Afin que cette étude sur l'huile des pépins de mandarines soit complétée et approfondie, des travaux complémentaires sont nécessaires tels que :

- Etude de la fraction insaponifiable de l'huile représentée par les tocophérols et les stérols.
- Etude de la fraction phénolique et des composés volatiles de l'huile.
- Utilisation de la poudre des pépins de mandarine dans l'alimentation animale.
- Réaliser une étude et évaluer l'intérêt nutritionnel de l'huile de pépins de mandarine par expérimentation *in vivo*.
- Essai de formulation des produits cosmétiques à base de l'huile de pépins de mandarine.
- Etude de la stabilité de l'huile durant le stockage.
- Vérifier le pouvoir antimicrobien de cette huile.

Références Bibliographique

Références Bibliographiques

- **Anonyme 2006** INRA (2006). Rapport National sur l'état des ressources Phylogénétiques pour l'Alimentation et l'Agriculture Juin 2006. 67p.
- **Anonyme 2016** anonyme 2017 : Calculs de l'ONAGRI d'après Département Américain de l'Agriculture USDA
- Anonyme 2016: MADR 2016 ministère de l'agriculture et développement rurale
- **Anonyme** 2018: <https://fr.statista.com/statistiques/565129/production-d-agrumes-dans-le-monde-par-region/>
- **Aruoma, O. I., Landes, B., Ramful-Baboolall, D., Bourdon, E., Neergheen- Bhujun, V., Wagner, K.-H., & Bahorun, T.** Functional benefits of citrus fruits in the management of diabetes. *Preventive medicine*, (2012); 54, S12-S1.
- Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M.**(2002).caractérisation des huiles des sept variétés d'olivier tunisiennes.OCL.9(2) : 174-149.
- Ajewole K & Adeyeye A** (1993). Characterization of Nigerian citrus seed oils. *Food Chemistry* 47: 77-78
- ANONYME** (2008) : FAO(2008) . Les agrumes Examen du marché, sur la page de l'UNCTAD
- Anonyme 2010**: FAOSTAT 2010 food and agricultur organisation of the united nations
- Anwar F, Naseer R, Bhangar M I, Ashraf S, Talpur F N & Aladedunye F A** (2008). Physicochemical characteristics of citrus seeds and seed oils from Pakistan. *Journal of American Oil Chemists' Society* 85: 321-330
- Aouane D., Ghezli C** (2001). Evaluation des maladies des agrumes transmissibles par greffage sur le matériel végétal de manipulation de l'ITAF. *Options Méditerranéennes Série B. CIHEAM* (eds). Etudes et Recherches N° 43, pp. 101-104
- **CHAPOT H.** (1962). La mandarine commune 'Al Awania' ,5.pp.29-51
- C.O.I (1981) .Caractéristiques de la composition des huiles d'olives .T. 15 / Doc n°23, Madrid
- Chen, R., Li, Y., Dong, H., Liu, Z., Li, S., Yang, S., Li, X.,** 2012. Optimization of ultrasonic extraction process of polysaccharides from *Ornithogalum Caudatum* Ait and evaluation of its biological activities. *Ultrasonics Sonochemistry* 19, 1160-1168
- Del Caro A., Piga A., Vacca V. et Agabbio M.** 2004. Changes of flavonoids, vitamin C and antioxidant capacity in minimally processed citrus segments and juices during storage. *Food Chemistry*.84 : 99-105
- **Duan L., Guo L., Liu E . H. & Li P.** (2014). Characterization and classification of seven citrus herbs by liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry and genetic algorithm optimized support vector machines. *J .chromatogr A.* 1339:27-118.

- DUBOIS V.**, BRETON S., Linder M., Fanni J., Parmentier M. Fatty acid profiles of 80 vegetable oils with regard to their nutritional potential. *European Journal of Lipid*
- **Escartin I. (2011).** Guide des agrumes. Fondation d'entreprise pour la protection Et la valorisation du patrimoine végétal. L'Institut Klorane. (Consulté le 20 mars 2017).
 - Farooq Anwar Æ Rehana Naseer Æ M. I. Bhangar Æ Samia Ashraf Æ Farah Naz Talpur Æ Felix Adekunle Aladedunye, Physico-Chemical Characteristics of Citrus Seeds and Seed Oils from Pakistan, 2008
 - Figure 2: FAO 2013 <https://fr.actualitix.com/pays/wld/production-d-agrumes.php>
 - Figure 7 cycle végétatif <http://collagenrestores.com/diagram-of-a-tree-image/vector-illustration-of-tree-growth-diagram-isolated-on-white/>
 - **Griffon Michel, Loeillet Denis.** 2000. Production et consommation d'agrumes dans le monde. Evolutions et éléments de prospective. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie d'Agriculture de France*, 86 (8) : 255-275.
 - Gorinstein, S.**, Martín-Belloso, O., Park, Y.-S., Haruenkit, R., Lojek, A., Číž, M., Caspi, A., Libman, I., & Trakhtenberg, S. Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. *Food chemistry*, (2001) ; 74(3), 309-315
 - Habila N, Inuwa H M, Aimola I A, Agbaji A S, Ladan Z, Shangodare R, Williams I S, Odjobo O B & Ogabiela E (2012). Variation of fatty acids and vitamin E composition in seed oils of some plant species. *Journal of Plant Studies* 1: 55-60
 - Hamdan, D. I., Abdulla, R. H., Mohamed, M. E., & El-Shazly, A. M. Chemical composition and biological activity of essential oils of Cleopatra mandarin (*Citrus reshni*) cultivated in Egypt. *Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy*, (2013); 5(5), 83-90.
 - Habib M A**, Hammam M A, Sakr A A & Ashoush Y A (1986). Chemical evaluation of Egyptian citrus seeds as potential sources of vegetable oils. *Journal of American Oil Chemists' Society* 63: 1192-1196
http://www.doctissimo.fr/html/pop_nutrition/2002/0802/03.htm (les acides gras saturés)
consulté le 25.7.2017
 - **Karboa M.** (2001). L'agrimoculture en Algérie. Option méditerranéenne n°43. Ed : CIHEAM. Pp 21-26
 - **Labdi Grissa K.** (2010). Etude de base sur les cultures d'agrumes et de tomates en Tunisie. Regionale Integrated Pest Management Program in the Near East. *Workshop* ,pp. 13-14
 - Loeillet D** (2008) . les marches mondiaux . agrumes et jus d'oranges. Ed : Economica Paris. Pp 350-354
 - Lagh a-Benamrouch e S., Madani K.** 2012. Ph e nolic conte ntsand antiox idant activity of

orange variétés (*Citrus sinensis* L. and *Citrus aurantium* L.) cultivées en Algérie : Pele Island
Leaves; *Journal of Biotechnologies*, 723-730

- **Matthaus B & Ozcan M M** (2012). Chemical evaluation of citrus seeds, an agro-industrial waste, as a new potential source of vegetable oils. *Grasas Y Aceites* 63: 313-320

-Michel Le Comte, Extraits de pépins d'agrumes : ses bienfaits
<https://laboiteagrains.com/blogs/trucs-et-conseils/agrumax-extraits-de-pepins-dagrumes> consulté
le 25.3.2019

-**Ollé M.**, 2002. Analyse des corps gras. *Bases documentaires: techniques d'analyses*; Référence P3325; Ed. *Techniques de l'ingénieur*. <http://www.techniques-ingenieur.fr>

-**Onyeike E. N., Acheru G. N.**, 2002; Chemical composition of selected Nigerian oil seeds and physicochemical properties of the oil extracts. *Food Chemistry*; 77: 431–437.

-**Okwn D.E., Em e nike , I.N.** 2006. Evaluation of phytonutrients and vitamins contents of Citrus fruits. *International Journal of Molecular Medicine and Advanced Science* 1: 1-6

- **Ramful, D., Tarnus, E., Aruoma, O. I., Bourdon, E., & Bahorun, T.** Polyphenol composition, vitamin C content and antioxidant capacity of Mauritian citrus fruit pulps. *Food Research International*, (2011); 44(7), 2088-2099.

-**Saidani M, Dhifi W & Marzouk B** (2004). Lipid evaluation of some Tunisian citrus seeds. *Journal of Food Lipids* 11: 242-250
Science and Technology, 2007, Volume 109 ,Issue 7, pp. 710 – 732.-*Techniques de laboratoire*, tome 1, fascicule 2, Paris, 1963

Santos R. M., Fortes G. A. C., Ferri P. H., Santos S. C. (2011). Influence of foliar nutrients on phenol levels in leaves of *Eugenia uniflora*; *Rev. Bras. Farmacogn. Braz. J. Pharmacogn*; 21(4): 581-586

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

- **Teiko M.** Johnson 2001 .. la production de jus d'agrumes et l'application des technologies au marché des agrumes frais

- **Torquato, L. D., Pachiega, R., Crespi, M. S., Nespeca, M. G., de Oliveira, J. E., & Maintinguer, S. I.** Potential of biohydrogen production from effluents of citrus processing industry using anaerobic bacteria from sewage sludge. *Waste management*, (2017); 59, 181-193.

- Umer Rashida,b, , Muhammad Ibrahimc, Shahid Yasinb, Robiah Yunusa, Y.H. Taufiq Yapd, Gerhard Knothee, Biodiesel from *Citrus reticulata* (mandarin orange) seed oil, a potential non-food feedstock, 2013

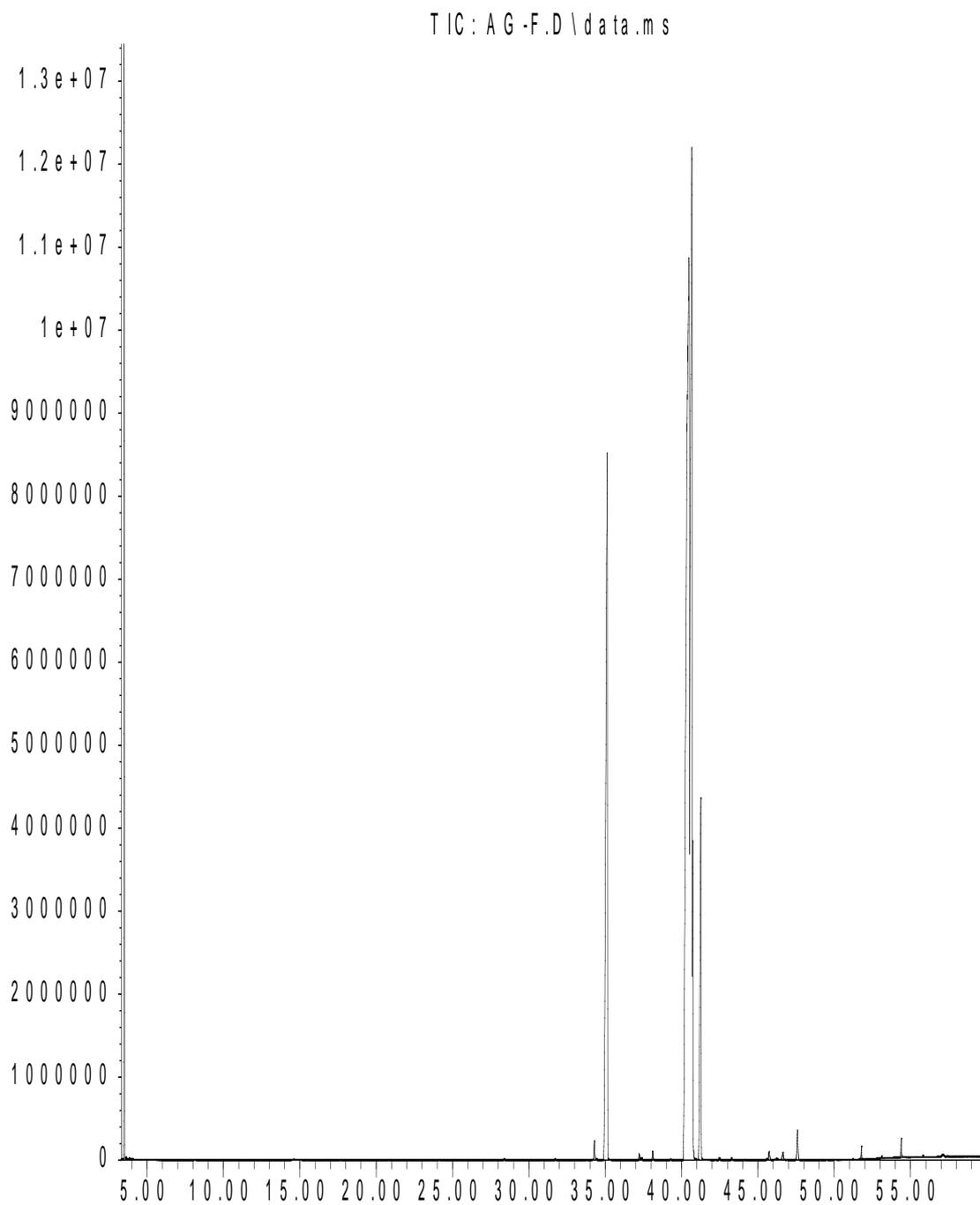
-**Valnet J.** (2001). La santé par les fruits, légumes et les céréales. Ed Vigot. Pp : 207-281

- Waheed A, Mahmud S, Saleem M & Ahmad T (2009). Fatty acid composition of neutral lipid: Classes of citrus seed oil. *Journal of Saudi Chemical Society* 13: 269-272

Annexes

Annexe I : chromatogramme de l'huile de pépins de mandarine *Citrus reticulata*

Abundance



Time-->

Annexe II: les 25 pics détectés dans l'huile de pépins de mandarine par CPG

Area Percent Report

Data Path : F:\
 Data File : AG-F.D
 Acq On : 10 Jun 2019 16:18 (#1); 10-06-2019 16:18:29 (#2)
 Operator :
 Sample : MEKLATI
 Misc :
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e
 Integrator: ChemStation 6890 scale Mode: Large solvent peaks clipped

Method : C:\msdchem\1\METHODS\DEFAULT.M
 Title :

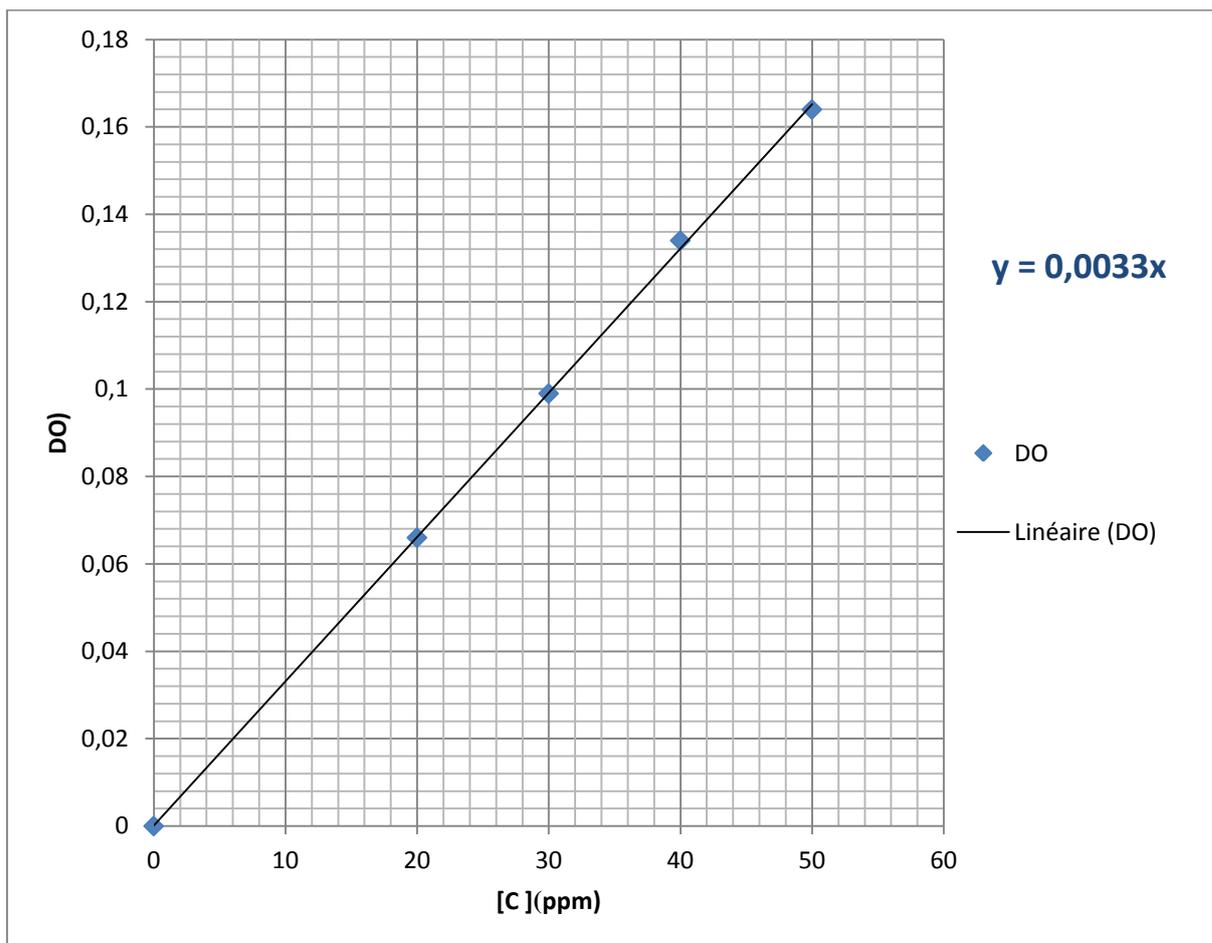
Signal : TIC: AG-F.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	3.487	16	35	70	BV	13253832	405480900	26.08%	10.418%
2	28.373	4369	4389	4412	BB 3	14854	535737	0.03%	0.014%
3	31.710	4956	4973	5000	BB 3	13691	489575	0.03%	0.013%
4	34.294	5380	5425	5487	BB 2	234589	10576755	0.68%	0.272%
5	35.117	5523	5569	5647	BB	8349839	635061634	40.85%	16.316%
6	37.232	5910	5939	5953	BV 3	76186	3336738	0.21%	0.086%
7	37.369	5953	5963	6037	VB 6	28771	1392239	0.09%	0.036%
8	38.112	6070	6093	6144	BB 2	108467	4513558	0.29%	0.116%
9	40.472	6421	6506	6517	BV 2	10872093	1554660271	100.00%	39.943%
10	40.661	6517	6539	6609	VV 4	11776352	998656742	64.24%	25.658%
11	41.250	6609	6642	6728	VV	4205170	215745064	13.88%	5.543%
12	42.467	6831	6855	6911	VB 9	27911	1271945	0.08%	0.033%
13	43.261	6974	6994	7061	BB 5	27801	1239896	0.08%	0.032%
14	45.736	7361	7427	7458	BV 4	102392	6175035	0.40%	0.159%
15	46.228	7458	7513	7538	PV 4	21577	1958747	0.13%	0.050%
16	46.628	7538	7583	7614	VV 4	86564	5445162	0.35%	0.140%
17	47.588	7712	7751	7801	BV 2	359824	17809832	1.15%	0.458%
18	51.783	8302	8485	8519	BV	156612	5268884	0.34%	0.135%
19	52.783	8550	8660	8669	PV	8422	965189	0.06%	0.025%
20	53.115	8669	8718	8740	VV 3	32449	2304273	0.15%	0.059%
21	53.921	8740	8859	8873	VV 3	13550	3780381	0.24%	0.097%
22	54.389	8873	8941	8972	VV	216234	9220463	0.59%	0.237%
23	54.629	8972	8983	9039	VV	14117	1814727	0.12%	0.047%
24	55.807	9133	9189	9253	VB 9	23895	1691173	0.11%	0.043%
25	57.093	9377	9414	9456	VV 9	28267	2771632	0.18%	0.071%

Annexe III : photos d'appareillage Rancimat



Annexes IV : courbe d'étalonnage sucres totaux



[C] (ppm)	DO
0	0
20	0.066
30	0.099
40	0.134
50	0.161