

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

Spécialité : Agro-alimentaire et Contrôle de qualité

Filière : Science Alimentaire

Domaine : Science de la Nature et de la vie

Valorisation physico-chimique des sous-produits d'agrumes

Réalisé par

AISSA Zoulikha

CHEIKH Soumia

Devant le jury:

Pr MEGATELI. S. MCA

USDB

Président

Dr BOUGHERRA. F.

MCB

USDB

Examineur

Pr ELHADI. D.

MCA

USDB

Promoteur

Année Universitaire 2019/2020

Remerciement

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

Nous tenons à remercier notre promoteur Mr ELHADI pour avoir suivi et orienté ce travail.

Nos vifs remerciements à :

Pr, MEGATELI pour la présidence du jury.

Dr, BOUGHERRA pour avoir examiné ce document.

Nous tenons à transmettre nos remerciements à tous les enseignants du département d'Agro-alimentaire.

En fin, nous tenons à exprimer notre reconnaissance à tous nos amis pour le soutien et leur contribution.

DEDICACES

Avant tout :

*Je remercie Dieu tout puissant de ma vais donner la patience,
le courage et le savoir Pour accomplir ce travail.*

Aux joyaux de ma vie :

*Ma très chère mère qui s'est tant sacrifiée pour les besoins de
nos études.*

*Mon très cher père pour tous les efforts consentis afin de nous
armer du savoir.*

*Mes chers frères, mes chères sœurs, leurs amours et leurs
dispositions, à qui je souhaite une longue et belle vie.*

Ma grande-mère.

Mes amis particulièrement : Soumia, Fatima et Sérine.

Ma famille.

Soumia

DEDICACES

Avant tout :

*Je remercie Dieu tout puissant de ma vais donner la patience,
le courage et le savoir Pour accomplir ce travail.*

Aux joyaux de ma vie :

*Ma très chère mère qui s'est tant sacrifiée pour les besoins de
nos études.*

*Mon très cher père pour tous les efforts consentis afin de nous
armer du savoir.*

*Mes chères sœurs, leurs amours et leurs dispositions, à qui je
souhaite une longue et belle vie.*

Zoulikha

Résumé

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des sous-produits d'agrumes générés par l'industrie. Le pressage des agrumes produit des millions de tonnes de déchets par an dans le monde. Ces déchets (peaux, pulpes et pépins) sont généralement dédiés à l'alimentation animale ou bien éliminés par compostage ou incinération.

Les citrus comme d'autres fruits et légumes sont une source importante de composés bioactifs (composés phénoliques, flavonoïdes, acide ascorbique,...etc.). Ces composés ont des effets bénéfiques sur la santé humaine, car ils possèdent de nombreuses activités biologiques comme l'activité antioxydante, anti-inflammatoire, antibactérienne,...etc ; ce qui protège et inhibe les effets néfastes des radicaux libres sur l'organisme humain.

Mots –Clés : valorisation, agrumes, citrus, composés bioactifs.

Abstract

This work is part of the valuation of citrus by-products generated by the industry. The pressing of citrus fruits produces millions of tons of waste per year in the world. This waste (skins, pulps and seeds) are generally used for animal feed or else disposed of by composting or incineration.

Citrus, like other fruits and vegetables, are an important source of bioactive compounds (phenolic compounds, flavonoids, ascorbic acid, etc.). These compounds have beneficial effects on human health, because they have many biological activities such as antioxidant, anti-inflammatory, antibacterial activity...etc ; which protects and inhibits the damaging effects of free radicals on the human body.

Key words : valorization, citrus fruits, citrus, bioactive compound.

ملخص

هذا العمل هو جزء من تقييم المنتجات الثانوية للحمضيات التي تنتجها الصناعة. ينتج عن عصر ثمار الحمضيات ملايين الأطنان من النفايات سنويًا حول العالم. تستخدم هذه النفايات (الجلود واللباب والبذور) بشكل عام لتغذية الحيوانات أو يتم التخلص منها عن طريق التسميد أو الترميد.

تعتبر الحمضيات كغيرها من الفواكه والخضروات مصدرًا مهمًا للمركبات النشطة بيولوجيًا (المركبات الفينولية والفلافونويد وحمض الأسكوربيك وما إلى ذلك) ، وهذه المركبات لها آثار مفيدة على صحة الإنسان ، لأن لها العديد من الأنشطة البيولوجية مثل نشاط مضاد للأكسدة ، مضاد للالتهابات ، مضاد للجراثيم ، ... إلخ. الذي يحمي ويمنع الآثار الضارة للجذور الحرة على جسم الإنسان.

الكلمات المفتاحية: تثمين ، حمضيات ، حمضيات ، مركبات نشطة بيولوجيا

Liste des abréviations

CLAM : Comité de Liaison des Agrumes Méditerranéens..

ERO : les Espèces Réactives de L'oxygène.

FAO: Food and Agriculture Organization.

ha: hectare.

ITAFV: Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne.

MT : millions de tonnes.

SAU : la Superficie Agricole Utile.

USDA : Département Américain de l'Agriculture.

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Les principaux producteurs d'oranges en millions de tonnes avec la place de l'Algérie en 2013 (Anonyme, 2017).....	7
Tableau I.2 : Production d'orange en Algérie (Anonyme, 2016).....	8

Liste des figures

Figure1: Coupe transversale d'une orange (Hendrix et Redd, 1995 ; Guimaraes et <i>al</i> , 2010).....	6
Figure 2: Répartition des agrumes en Algérie (ITAFV, 2012).....	9
Figure 3 : Produits obtenus à partir des agrumes.....	10
Figure 4: Diagramme de transformation des agrumes (Anonyme, 2016).....	10
Figure 5 : Schéma de montage d'hydro-distillation.....	12
Figure 6: Schéma de montage de l'entraînement à la vapeur d'eau.....	13
Figure 7: Schéma du dispositif de l'hydro-diffusion.....	14

Table des matières

Remerciement

Dédicaces

Résumé

Abstract

ملخص

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction	2
I. Généralités sur les agrumes.....	5
I.1. Définition.....	5
I.2. Données botaniques.....	5
I.3. Description des agrumes.....	5
I.4. Composition chimique de l'orange	6
I.5. Production mondiale d'agrumes.....	7
I.6. Production nationale.....	8
I.7. Les zones de production	8
I.8. Effets thérapeutiques des fruits de genre Citrus	9
II. Valorisation des agrumes.....	10
II.1. Transformation des agrumes	10
II.2. Les sous-produits d'agrumes.....	11
II.3. Valorisation des sous-produits d'agrumes	11
II.3.1. Les huiles essentielles.....	11
II.3.1.1. Méthodes d'extraction	12
II.3.1.1.1. Distillations	12
L'hydro-distillation.....	12
Distillation par entraînement à la vapeur d'eau	13
Hydro-diffusion	13
II.3.1.1.2. Expression à froid	14

II.3.1.1.3. Enfleurage	14
L'enfleurage à froid	14
L'enfleurage à chaud	15
II.3.1.1.4. Extraction par solvant organique	15
Extraction au soxhlet	15
Extraction à reflux	15
II.3.1.1.5. Autres méthodes d'extraction.....	15
Extraction par les fluides supercritiques.....	16
Extraction assistée par micro-ondes	16
Extraction par ultrasons	16
II.3.1.2. Intérêt des huiles essentielles	16
En industrie agroalimentaire.....	16
En cosmétologie	17
En pharmacie	17
En agriculture	17
• Le limonène	17
Propriétés physique du limonène.....	17
Utilisation du limonène	18
II.3.2. Les pectines	18
II.3.2.1. Extraction.....	18
II.3.2.2. Utilisation des pectines	19
II.3.3. Production d'enzymes pectinolytiques.....	19
II.3.3.1. Extraction.....	19
II.3.3.2. Utilisation.....	19
II.3.4. Production des biocarburants.....	20
II.3.5. Les pâtes d'oranges	20
II.3.5.1. Fabrication de la pâte d'orange.....	20
II.3.6. Les flavonoïdes.....	20
II.3.7. Caroténoïdes	21

II.3.8. Vitamines (vitamine C)	21
II.3.9. L'usage pharmaceutique.....	21
II.3.10. Les alimentations du bétail	22
II.3.11. Autre utilisation	22
Conclusion	24
Références bibliographiques	

Introduction

Introduction

Depuis l'antiquité, la culture des agrumes joue un rôle très important dans le développement économique et social des pays producteurs à travers le monde. La production d'agrumes se trouve principalement concentrée dans les pays du bassin méditerranéen où ce secteur représente un segment porteur de grande valeur ajoutée. En Algérie, les agrumes occupent une place importante dans la nouvelle politique agricole avec une production estimée à 571 000 tonnes au cours des années 2010 - 2011, où le citron (Lemon) représente 8 % de la production totale d'agrumes avec une quantité de 44 000 tonnes (**FAO, 2012**). La superficie couverte par cette culture fruitière est de 65 353 ha, soit 8 % de la superficie agricole utile (SAU) (**Agroline, 2014**).

Les agrumes sont le principal genre dans la famille des Rutaceae (**Turner, 2013**). L'agrumiculture constitue le plus grand secteur de production de fruits dans le monde, avec plus de 90 millions de tonnes pour la campagne 2016/2017 (**USDA, 2017**) où l'Algérie occupe la 4^{ème} position dans la région méditerranéenne (**FAO, 2016**). Cette production se décline essentiellement en 4 catégories : citron, mandarine, pamplemousse et l'orange avec une part de 54% de la production mondiale (**USDA, 2017**). Les oranges sont les plus consommés en raison de leurs bonnes saveurs, leurs valeurs nutritives et leurs richesses en molécules bioactives (**Wang et al, 2007**). Ils sont consommés comme dessert (fruit frais), confiture ou jus.

Les activités agricoles et agro-industrielles génèrent d'importantes quantités de déchets. Ces derniers constituent une nuisance certaine pour l'environnement et un gaspillage de matières organiques utiles.

Ces déchets, peuvent créer des problèmes écologiques, en particulier la pollution de l'eau, puisque la présence des matières biologiques dans les écorces d'oranges comme les huiles essentielles , les pectines, aussi bien que les sucres, stimulent les bactéries aérobies qui décomposent les composés organiques biodégradables en produits tels que l'anhydride carbonique, les nitrates, les sulfates et les phosphates dans l'eau.

Ces déchets pourraient être transformés en capitaux, si des bio-produits potentiellement commercialisables tel que la pectine peut être extraite à partir des écorces et fruits de faibles valeurs marchandes ; les déchets après extraction, peuvent être vendus sous forme d'alimentation de bétails sèche après enrichissement en protéine. Cette activité annexe réduirait aussi la charge de pollution de l'environnement.

De nombreuses études ont montré que les déchets des industries agroalimentaires sont considérés comme des produits nobles et sources de nouvelles matières premières pour de nombreuses industries.

Aujourd'hui le concept de la « valorisation des produits agricoles » constitue un sujet de recherche très actuel dans des nombreux pays. De nombreuses études explorent aujourd'hui la possibilité de trouver des nouvelles voies de valorisation des produits et sous-produits ainsi leur transformation en ingrédients incorporables dans différents produits alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques également leur utilisation comme un amendement organique ou une source d'énergie.

Synthèse bibliographique

I. Généralités sur les agrumes

I.1. Définition

Les agrumes sont des petits arbres ou arbustes, dont la taille peut varier de 2 à 10 mètres de haut suivant les espèces. Leur frondaison est généralement dense et leurs feuilles sont persistantes, à l'exception des *Poncirus*. Leurs fruits et toutes les parties de l'arbre (écorce, feuilles, branches, et fleurs) contiennent des glandes à essence.

La peau du fruit est une écorce (péricarpe) composée de deux couches concentriques. La couche superficielle, rugueuse et résistante, de couleur vive souvent jaune orange sous l'action des flavonoïdes, est nommée épicarpe ou flavedo ou encore zeste en terme culinaire. La couche interne, blanche et spongieuse, est le mésocarpe ou albédo.

La pulpe est composée de quartiers juteux contenant les pépins. Elle est riche en vitamine C. Ce sont des fruits non-climactériques qui doivent être récoltés à maturité. Ils sont résistants au transport et à la conservation. Si les fruits sont assez aisés à différencier sur le plan culinaire, la distinction des espèces botaniques est en revanche complexes, car les différentes espèces s'hybrident très facilement et sont difficiles à fixer. Le genre *Citrus* ne contiendrait finalement pas plus de onze espèces (**Bénédicte et Michel, 2011**).

I.2. Données botaniques

Le groupe des agrumes appartient à la famille des Rutaceae, sous famille des Aurantioideae, tribu des Citreae et sous tribu des Citrinae (**Praloran, 1971**).

Les agrumes se répartissent en plusieurs genres. *Poncirus*, *Fortunella* et *Citrus* sont les trois genres les plus cultivés à travers le monde. Le genre *Poncirus* ne renferme qu'une seule espèce le *Poncirus trifoliata*. Cette espèce est essentiellement utilisée en agrumiculture comme porte greffe car ses fruits ne sont pas comestibles. Le genre *Fortunella* comprend six espèces dont deux seulement font l'objet d'une culture dans le monde. Il s'agit de *Fortunella japonica* et *Fortunella margarita*. Le genre *Citrus* est le plus important. C'est au sein de ce genre que se rencontrent les principales espèces cultivées: les oranges (*Citrus sinensis*); les mandarines (*Citrus reticulata*); les clémentines (*Citrus clementina*); les citronniers (*Citrus limon*); et les pomelos (*Citrus paradisi*).

I.3. Description des agrumes

Tous les fruits des citrus cultivés ont presque la même structure : l'écorce, partie non comestible de fruits est peu développée chez les oranges, les mandarines et les clémentines. Elle constituée en revanche la majeure partie de fruits des cédrats ou de pamplemousses. La pulpe, partie comestible, est constituée de poils ou de vésicules enfermant le jus et qui sont regroupés en quartiers peuvent varier de 5 à 18 (**Spiegel-Roy et Goldschmidt, 1996**).

A la surface des fruits dans l'écorce se trouvent les glandes oléifères remplies d'huiles essentielles. La coupe transversale du fruit permet de distinguer les parties suivantes (figure 1) :

- Une peau ou une écorce rugueuse, résistante, de couleur vive (du jaune à orange), plus connue sous le nom d'épicarpe (ou flavedo), qui recouvre le fruit et protège des dommages. Ses glandes oléifères contiennent des huiles essentielles qui donnent au fruit son odeur caractéristique.
- Un mésocarpe (ou albedo) blanc, épais et spongieux, qui forme avec l'épicarpe ou peau de fruit.
- La partie interne, constituée de la pulpe, est divisée en segment (carpelle) ou se concentre le jus (avec ou sans pépins selon les variétés) et en une enveloppe radiale épaisse (ou endocarpe). Cette partie, riche en sucre soluble renferme des quantités significatives de vitamine C, de pectine, de fibre, de différents acides organiques et de sel de potassium, qui donnent au fruit son acidité caractéristique (**Hendrix et Redd, 1995 ; Guimaraes et al, 2010**).

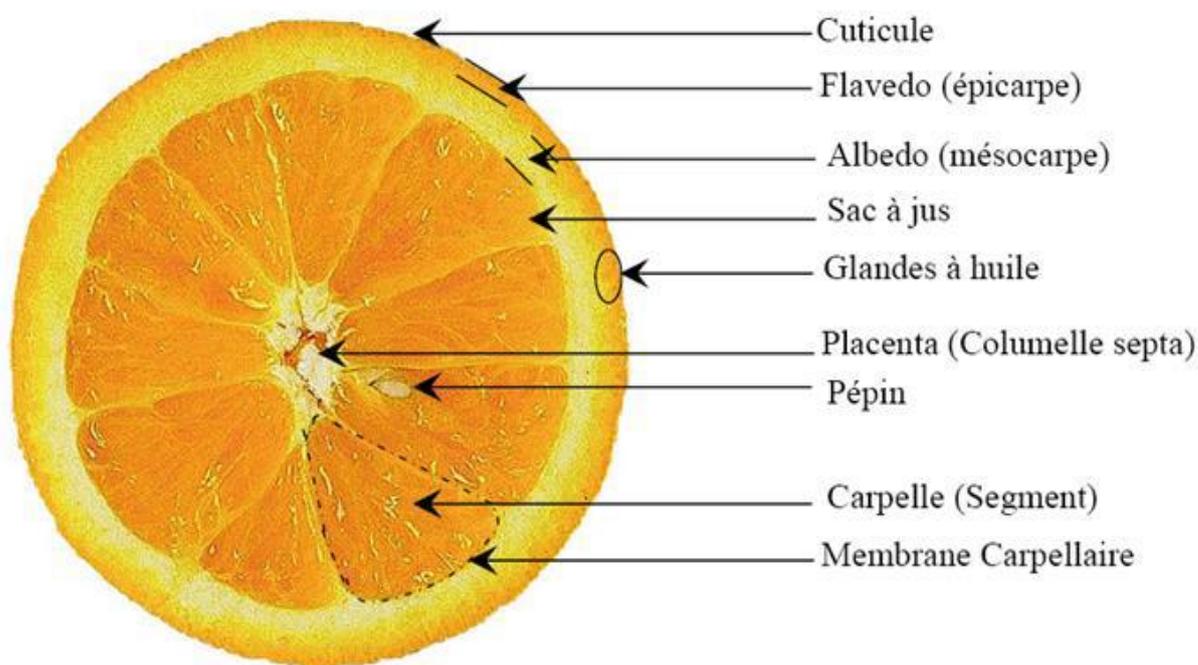


Figure 1: Coupe transversale d'une orange (**Hendrix et Redd, 1995 ; Guimaraes et al, 2010**).

I.4. Composition chimique de l'orange

L'orange contient en moyenne 40 % de vitamine C, 10 % de glucides simples (40 % de saccharose, 30 % de glucose et fructose) avec un indice glycémique bas. La teneur en fibre est de 1.8 %. Elle est également riche en calcium (40mg / 100g). La teneur en acide organique des agrumes est élevée, mais variable selon les fruits. L'orange en contient 1.1g / 100g, tandis que le

citron atteint pratiquement 5g / 100g. Les substances aromatiques, pigments végétaux (caroténoïdes), et polyphénols (hespéridine) confèrent aux agrumes des spécificités nutritionnelles et culinaires.

I.5. Production mondiale d'agrumes

La production mondiale d'agrumes se situe autour de 89 millions de tonnes (MT), dont 73% de la production sont consommés en frais, 26% sont destinés à la transformation et 9% à l'exportation. Cette production est répartie en plusieurs variétés d'agrumes dans laquelle l'orange représente 57%, la mandarine 30%, le pamplemousse 7% et le citron et la lime 6% (USDA, 2014). Avec une production de 17,34 MT, le Brésil est le premier producteur d'oranges dans le monde. Il assure 34% de la production mondiale, suivi par la Chine (7,6MT), les Etats-Unis (6,29 MT) et l'Union Européenne (6,07 MT).

Dans la région Méditerranéenne, 22,5 MT d'agrumes sont produites par les 12 pays membres du Comité de Liaison des Agrumes Méditerranéens (CLAM) dont l'Espagne, le Maroc, la Turquie, l'Italie, l'Egypte, la Grèce et la Tunisie (USDA, 2014).

Tableau I.1 : Les principaux producteurs d'oranges en millions de tonnes avec la place de l'Algérie en 2013 (Anonyme, 2017).

N°	Pays	Production Millions de tonnes	%
1	Brésil	17.550	24.5
2	USA	7.589	10.6
3	Chine	7.305	10.2
4	Inde	7.426	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 de 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.6. 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 2015, avec une production d'orange qui est estimée aux environs de 10 050 791 quintaux, les meilleures productions en oranges ont été enregistrées dans les wilayas de Chlef et de Blida, avec des productions qui sont respectivement de 1 155 520 et 3 079 216 quintaux (**Anonyme, 2017**).

Tableau I.2 : 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

I.7. Les zones de production

La culture des Citrus est localisée essentiellement dans les zones irrigables de la partie Nord du pays, où elle trouve la température clémente qui assure sa réussite. La plaine de la Mitidja de la région centre du pays est la zone potentielle en agrumiculture, elle couvre une surface de : 36 219 ha en 2013 ce qui représente environ 56,4% de la superficie agrumicole totale.

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**).

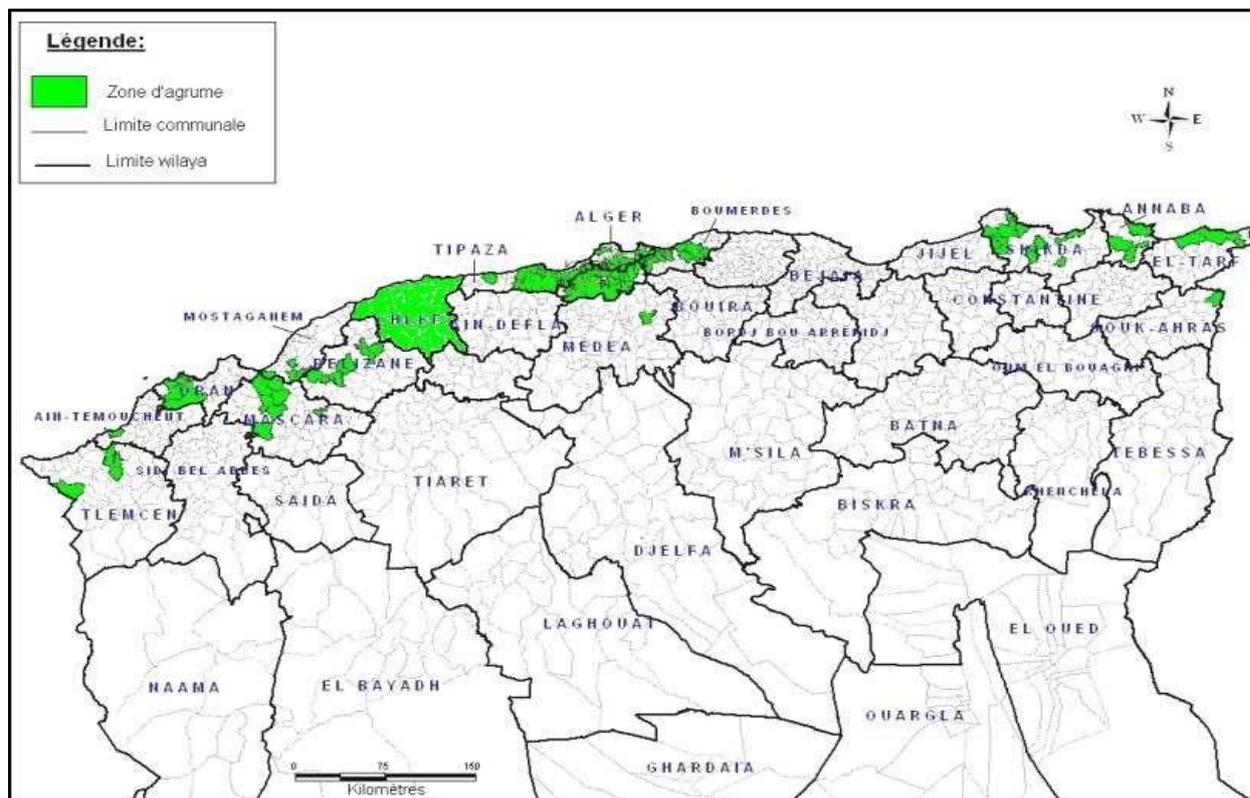


Figure 2: Répartition des agrumes en Algérie (ITAFV, 2012).

I.8. 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 (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.
- 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 (Okwn et Emenik, 2006).
- Stimulation de l'appétit (zestes) (Santos 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).

II. Valorisation des agrumes

II.1. Transformation des agrumes

Même si la globalisation actuelle du marché assure la disponibilité des fruits frais tout au long de l'année, une importante partie est soumise à différents processus de transformation afin d'obtenir des nouveaux produits satisfaisant les différentes demandes actuelles des consommateurs. Dans la figure 3 est présentée schématiquement les principaux types de produits obtenus à partir de fruits.

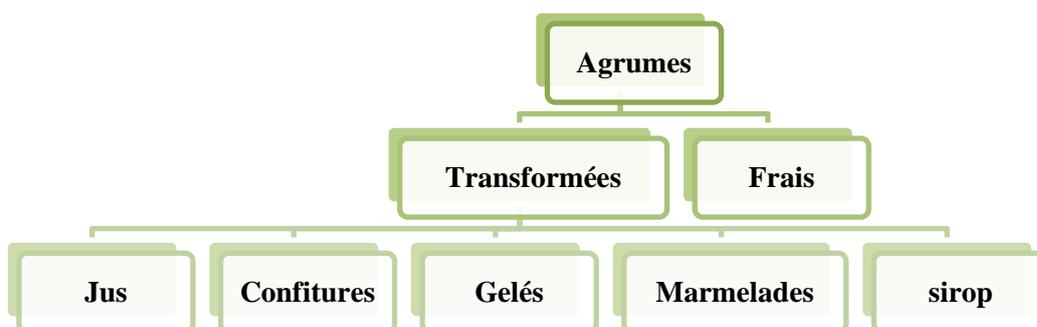


Figure 3 : Produits obtenus à partir des agrumes.

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. La figure 4 montre la transformation des agrumes en matière première jusqu'à l'obtention du jus.

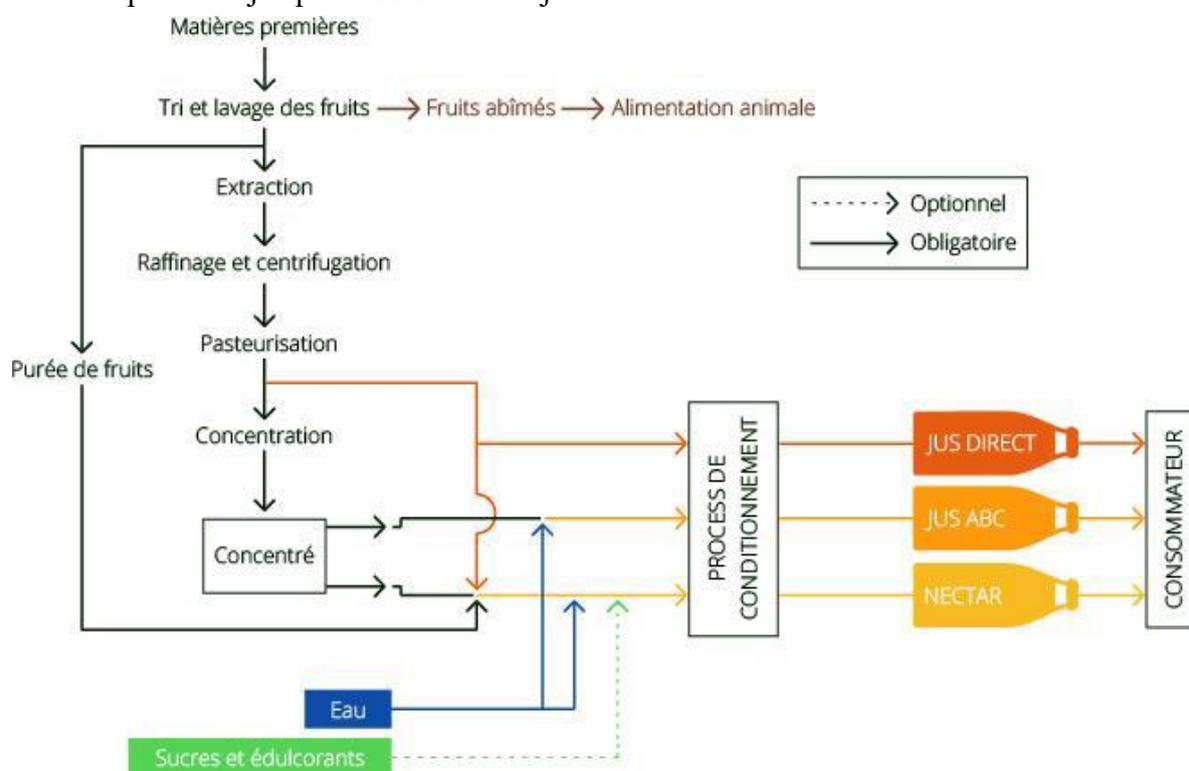


Figure 4: Diagramme de transformation des agrumes (Anonyme, 2016).

La consommation des agrumes est appréciée grâce à leurs bienfaits sur la santé, attribués relativement à la présence des composés bioactifs. Parmi ces composés, on peut citer les composés phénoliques (spécifiquement les flavonoïdes) qui ont des effets anti-allergiques, anti carcinogènes et antiviraux, les vitamines (notamment les vitamines B et C) et les caroténoïdes. 33% de la production totale d'agrumes sont industriellement transformés en jus (**Putnik et al, 2017**). Les principales étapes de production du jus sont les suivantes : après la récolte, les agrumes sont transportés en industrie. Après la sélection des agrumes et l'élimination des fruits abîmés, les agrumes sont automatiquement lavés à l'eau et calibrés de manière à correspondre à la taille des systèmes de pressage. Dans une troisième étape, le jus des fruits est extrait par pressage et centrifugation (**Satari et Karimi, 2018**). Le jus ou le concentré du jus obtenu est stérilisé ou quelques fois pasteurisé (cas du jus avec des durées de vie allant de quelques jours à un mois). Enfin, le jus pasteurisé ou stérilisé est transféré dans des emballages.

II.2. Les sous-produits d'agrumes

L'écorce et les graines entraînent une quantité considérable de sous-produits (**Omoba et al, 2015 ; Ouldyeou et al, 2016**). L'écorce d'orange est plus riche en polyphénols que la partie comestible du fruit (**Teh et al, 2014**), ce qui lui confère une activité antioxydante et des effets thérapeutiques importants par rapport à d'autres parties du fruit (**Rafiq et al, 2016 ; Ouldyeou et al, 2016**). Mais plus souvent, elle est éliminée comme déchets contenant une grande variété de composants secondaires et d'huiles essentielles.

Les sous-produits d'agrumes pourraient être utilisés, en industries alimentaire, comme ingrédients bioactifs dans la production d'aliments fonctionnels, car ils sont de bonnes sources de fibres alimentaires et de composés bioactifs. L'écorce d'orange est une bonne source de composés phénoliques susceptibles d'être utilisés dans des formulations alimentaires ou lorsqu'ils sont extraits, peuvent être utilisés comme antioxydants naturels pour empêcher l'oxydation d'aliments sélectionnés (**Omoba et al, 2015**).

II.3. Valorisation des sous-produits d'agrumes

La consommation et l'industrie de transformation des agrumes génèrent de gigantesques masses de sous-produits tels que les écorces, les pulpes et les pépins. Ces derniers présentent une marge de 45 à 60 % du fruit entier et qui sont souvent rejetés dans la nature. Au cours de la transformation des agrumes, les écorces sont les sous-produits primaires, non traitées, elles deviennent une source de pollution environnementale.

II.3.1. Les huiles essentielles

Les huiles essentielles d'agrumes représentent un des produits commercialisés à haute valeur ajoutée. Elles sont extraites de fleurs, d'écorces, de feuilles et de fruits. Les huiles

essentielles proviennent de cellules appelées glandes à huiles situées dans l'épiderme (exocarpe) et sont utilisées en tant qu'arômes dans les parfums, les cosmétiques, l'industrie alimentaire et les produits ménagers de nettoyage.

II.3.1.1. Méthodes d'extraction

Les HEs sont obtenus à partir des plantes naturelles par plusieurs méthodes d'extraction, telles que la distillation, la presse à froid et la distillation à sec (Li et Chemat, 2014). Toutes ces techniques dépendent du matériel botanique, qui détermine la qualité des huiles essentielles (Tongnuanchan et Benjaku, 2014).

II.3.1.1.1. Distillations

- L'hydro-distillation

L'hydro-distillation consiste à distiller un composé par entraînement à la vapeur d'eau. C'est une méthode très utilisée dans l'extraction des huiles essentielles.

Elle consiste à placer la matière à extraire dans une chaudière avec de l'eau puis chauffer ; ou bien faire passer de la vapeur d'eau dans un récipient contenant les dites matières. L'ensemble est ensuite porté à ébullition ; la chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales, il s'agit en fait d'un mélange de composés non miscibles (l'eau et une molécule odorante). La vapeur d'eau chargée en molécules organiques est condensée puis récupérée. Il y a alors séparation en deux phases : l'une aqueuse et l'autre organique, cette dernière contenant l'huile à extraire.

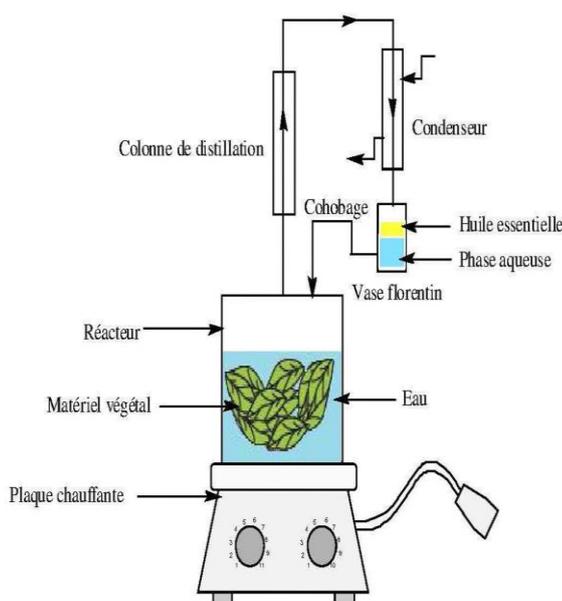


Figure 5 : Schéma de montage d'hydro-distillation.

- **Distillation par entraînement à la vapeur d'eau**

C'est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydro-distillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

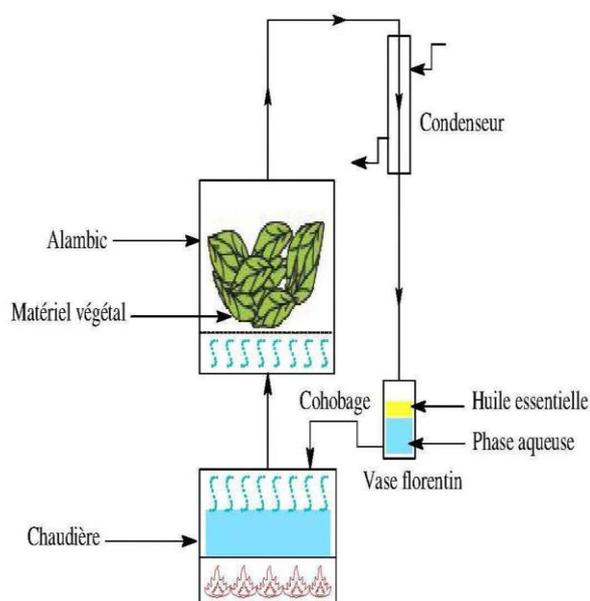


Figure 6: Schéma de montage de l'entraînement à la vapeur d'eau.

- **Hydro-diffusion**

Elle consiste à faire passer du haut vers le bas, et à pression réduite la vapeur d'eau au travers la matière végétale. Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange (vapeur d'eau-HE) dispersé dans la matière végétale. Comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydro-diffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact direct l'eau et la matière végétale. De plus, l'hydro-diffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur.

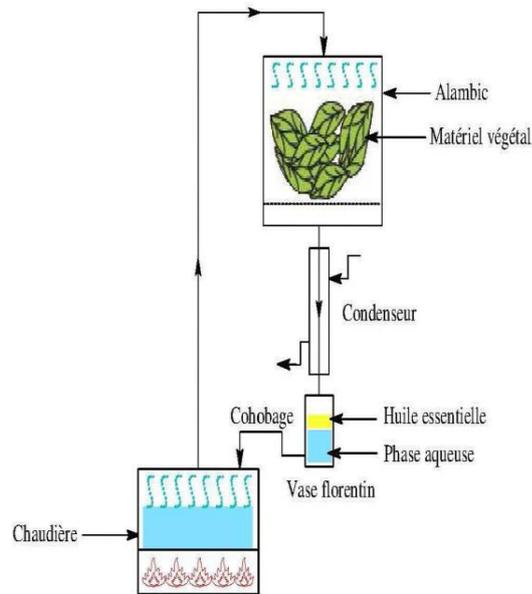


Figure 7: Schéma du dispositif de l'hydro-diffusion.

II.3.1.1.2. Expression à froid

Les HEs d'agrumes sont les seules à être extraites par le procédé d'expression à froid, qui est basé sur la rupture des parois des sacs oléifères ; cette essence est ensuite entraînée par un courant d'eau froide. Une émulsion constituée d'eau et d'essence se forme.

L'essence est alors séparée par décantation. Diverses techniques manuelles ou mécaniques, traitant le fruit entier ou seulement les écorces, sont utilisées (**Belaïche, 1979 ; Ferhat et al, 2010**).

II.3.1.1.3. Enfleurage

L'enfleurage est l'un des plus anciens procédés. Il est basé sur l'affinité des parfums pour les graisses. Dans ce système d'extraction, on distingue deux méthodes selon la résistance de la plante à la chaleur : l'enfleurage à froid et l'enfleurage à chaud (**Ben et eaud, 2011**).

- **L'enfleurage à froid**

L'enfleurage à froid permet de traiter les fleurs les plus délicates (comme le jasmin ou la tubéreuse). Pratiquement, on dépose manuellement et délicatement les pétales de fleurs une à une sur des plaques de verre enduites d'une mince couche de graisse inodore. Puis, on superpose ces plaques sur des châssis de bois. Les substances volatiles diffusent et sont absorbées par la couche de graisse. Au bout de quelques jours, la graisse est saturée en essence végétale.

On renouvelle périodiquement les fleurs 10 à 15 fois jusqu'à saturation du corps gras (2kg de fleurs pour 1 kg de graisse). Une fois la graisse parfumée recueillie, on la fonde au bain-marie, on la décante et on la filtre. Après refroidissement on obtient une pommade florale qui restitue fidèlement l'odeur de la fleur et qui est ensuite épuisée à l'alcool.

- **L'enfleurage à chaud**

L'enfleurage à chaud consiste à faire infuser les fleurs les moins fragiles (telles que la rose de Mai, la cassie, la violette ou la fleur d'oranger) dans des graisses ou des huiles inodores préalablement chauffées au bain-marie.

Ce procédé est pratiquement en voie de disparition en raison de son coût élevé et de la nécessité d'une main d'œuvre importante.

II.3.1.1.4. Extraction par solvant organique

L'extraction par solvant organique se fait selon les méthodes suivantes :

- **Extraction au soxhlet**

L'appareil soxhlet se compose de trois parties : le ballon contenant le solvant, l'extracteur et le réfrigérant. La cartouche en cellulose, contenant l'échantillon de plante finement broyé, est placée dans l'extracteur en verre. Le ballon est chauffé grâce à une source de chaleur (chauffé ballon, bain de sable, ...). Lors de l'ébullition, les vapeurs passent par le tube de dérivation et se condensent dans le réfrigérant. Le solvant liquide arrive ensuite dans la cartouche et extrait peu à peu les composés solubles. Lorsqu'une partie du solvant, enrichie par les composés extraits, commence à retourner dans le ballon par le tube, une dépression se crée au niveau du tube capillaire, puis tout le liquide contenu dans l'extracteur revient dans le ballon. A nouveau, le solvant bout et contribue à une deuxième extraction suivit par un deuxième siphonage, et ainsi de suite. Cette manipulation est menée en continu pendant suffisamment de temps pour que tout le composé à extraire se retrouve dans le ballon. Il suffit, alors, de récupérer le contenu du ballon puis d'évaporer le solvant (**Kaloustian, 2012**).

- **Extraction à reflux**

C'est une méthode d'extraction solide-liquide qui consiste à mettre l'échantillon finement divisé, en contact d'un solvant adéquat à température donnée, pendant un temps plus au moins long et sous agitation (**Kaloustian, 2012**). La séparation du solvant mélangé à l'huile essentielle se fait par filtration. L'huile essentielle est récupérée ensuite en éliminant le solvant par distillation.

II.3.1.1.5. Autres méthodes d'extraction

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau et l'hydro-distillation sont les méthodes les plus importantes aujourd'hui pour l'obtention des HEs à partir des plantes (**Baker et al, 2000; Kulisic et al, 2004**). Néanmoins, d'autres techniques ont été développées :

- **Extraction par les fluides supercritiques**

La grande sélectivité des fluides supercritiques, avec la faible polarité et le poids moléculaire des composés les plus importants dans la fraction volatile, permet l'utilisation d'une température et d'une pression faibles (**Bicchi, 2000**). C'est pourquoi cette technique est recommandée pour l'extraction des huiles essentielles afin de ne pas les altérer. L'originalité de cette technique repose sur le solvant utilisé ; le CO₂ supercritique (à l'état supercritique c.-à-d. à T= 31°C et P = 73bars, le CO₂ possède un bon pouvoir d'extraction). C'est le gaz le plus utilisé car il est ininflammable, non corrosif, peu coûteux, et généralement sûr. (Son utilisation minimise le potentiel d'hydrolyse et d'isomérisation Durant l'extraction grâce à la faible température) (**Rozzi et al, 2002 ; Fella et al., 2006 ; de Souza et al, 2008**).

- **Extraction assistée par micro-ondes**

L'extraction assistée par micro-ondes est une technique récente développée, dans le but de réduire le temps d'extraction, de diminuer la consommation de solvants, d'augmenter le rendement en extraction et d'améliorer la qualité des extraits. Le rayonnement micro-onde permet de chauffer l'eau présente naturellement dans le matériel végétal. Ce chauffage, en vaporisant l'eau contenue dans les glandes sécrétrices, crée à l'intérieur de ces dernières une pression qui brise les parois végétales et libère ainsi le contenu en huile (**Chemat et al, 2006 ; Sahraoui et al, 2008**).

- **Extraction par ultrasons**

L'extraction des composés bioactifs par ultrasons (20–100 kHz) est une technique émergente qui offre beaucoup de reproductibilité en peu de temps, trois fois plus rapide qu'une extraction simple par solvant. Elle est facile à mettre en œuvre et peu consommatrice de solvant et d'énergie (**Chemat et al, 2008**). En effet, la matière première est immergée dans l'eau ou dans le solvant, et en même temps elle est soumise à l'action des ultrasons. Cette technique peut être utilisée pour l'extraction des composés aromatique ou des essences de plantes, mais elle a surtout été développée pour l'extraction de certaines molécules ayant un intérêt thérapeutique (**Salisova et al, 1997 et Vinatoru et al, 1997 cités par Bousbia (2011)**).

II.3.1.2. Intérêt des huiles essentielles

- **En industrie agroalimentaire**

Actuellement, les HEs représentent un outil très intéressant pour augmenter la durée de conservation des produits alimentaires. Ces substances naturelles riches en composés antimicrobiens et antioxydants sont considérés comme une alternative importante pour résoudre

le problème d'altération post-récolte liées aux moisissures et d'éviter la perte en qualité et en quantité des fruits pendant l'entreposage (Serrano *et al*, 2008).

- **En cosmétologie**

Le secteur d'hygiène et l'industrie des cosmétiques sont également des consommateurs, la majorité des produits cosmétiques contiennent une quantité de l'HE comme élément parfumant et aussi élément assurant une odeur agréable (Bruneton, 1999).

- **En pharmacie**

Dans les médicaments le potentiel thérapeutique des composés des HEs montrent leur bienfait dans le traitement de cancer, des infections bactériennes et virales, la lutte contre le stress oxydatif. De même, les propriétés lipophiles des composés aromatiques permettent aux HEs de pénétrer dans la peau, ce qui facilite l'administration des médicaments par voie transdermique (Edris, 2007).

- **En agriculture**

Les pesticides naturels basés, notamment sur les HEs représentent une alternatives intéressante pour la protection des cultures contre les insectes (Isman, 2000). Les biopesticides peuvent être utilisés seuls et à répétition sans potentiellement inciter le développement de la résistance chez les ravageurs (Chiason *et al*, 2007).

- ❖ **Le limonène**

Le limonène ($C_{10}H_{16}$) est un hydrocarbure liquide appartenant à la famille des terpènes. Il est produit naturellement par divers végétaux, notamment les agrumes et représente le constituant principal des huiles extraites des pelures de ces fruits, c'est aussi un sous-produit de l'industrie des jus d'oranges, de citrons et de pamplemousses.

Le limonène existe sous la forme de deux énantiomères. Seule la lumière polarisée peut différencier les deux formes qui sont : l'énantiomère d-limonène qui dévie à droite le plan de la lumière polarisée et l'énantiomère l-limonène qui dévie le plan de polarisation vers la gauche. Le dipentène ou d-limonène est le mélange racémique des deux molécules (d-limonène et l-limonène) (Bégin et Gérin, 2010).

- **Propriétés physique du limonène**

Le limonène est un liquide incolore possédant une bonne odeur, fraîche et propre, caractéristique des agrumes. Ce terpène combustible est soluble dans les solvants organiques et la plupart des huiles mais pratiquement insoluble dans l'eau. Le limonène s'oxyde lentement en présence d'air.

- **Utilisation du limonène**

Le limonène est utilisé comme solvant dans le dégraissage des métaux et dans la peinture, comme arôme dans les parfums, les savons, les crèmes, les lotions et les détergents et comme saveur dans les aliments et boissons. Il servirait aussi comme matière première dans la synthèse de résines terpéniques, pour la production de succédanés d'huiles essentielles et pour la fabrication d'édulcorants. Le limonène est également homologué comme insecticide aux Etats-Unis (**Bégin et Gérin, 2010**).

II.3.2. Les pectines

Les pectines sont des polysides complexes entrant dans la composition des parois cellulaires de la plupart des végétaux supérieurs. Elles sont majoritairement présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire (**Donato, 2004**).

Les écorces d'agrumes sont riches en fibres (13.9-78.66 g/100g) et surtout en fibres hydrosolubles (pectines). En effet, les teneurs en pectine varient selon la variété d'agrumes: 2.58-3.73% pour la mandarine 6.52-13.00 % pour le citron et 0.22-23.02 % pour les oranges.

II.3.2.1. Extraction

L'extraction des pectines comportent plusieurs stades. En premier lieu les écorces finement découpées sont lavées à l'eau froide pour les débarrasser des matières colorantes, des glucosides amers, des sucres et des acides résiduels. Le traitement à l'eau froide qui comporte en réalité plusieurs lavages, peut être remplacé par un traitement à l'alcool qui, plus efficace, coûte plus cher. Les écorces sont ensuite plongées dans un bain d'eau bouillante dont le pH est abaissé à 2 par adjonction d'acide chlorhydrique ou sulfurique.

A cette température élevée, les enzymes pectiques sont inactivés et les protopectines transformées en pectines solubles. L'opération doit être menée soigneusement car il faut éviter la dégradation des pectines. Aussi opère-t-on souvent en plusieurs extractions dans des conditions d'acidité et de température plus douces. L'extrait est ensuite concentré jusqu'à une teneur de 3 à 4 % de pectines et filtré. On facilitera la filtration de la solution très visqueuse en y ajoutant de la terre d'infusoire. La pectine est précipitée de sa solution par addition d'alcool ou d'acétone jusqu'à une concentration de 50 à 70 % ; puis elle est filtrée et on en exprime le solvant par pression. L'opération est répétée et finalement la pectine est séchée dans un courant d'air chaud. La pectine est quelquefois vendue liquide en solution à 4 %. Dans l'opération de précipitation, l'alcool ou l'acétone peuvent être remplacés par un mélange d'hydroxyde d'aluminium et de sulfate d'ammonium. Un gel de pectinate d'aluminium précipite. La pectine est ensuite purifiée dans un lavage soigneux à l'alcool acidulé (**Wang et al, 2014**).

II.3.2.2. Utilisation des pectines

La pectine est utilisée en industries agroalimentaires grâce à son pouvoir épaississant, texturant mais aussi pour son pouvoir gélifiant et stabilisant. La pectine est utilisée dans plusieurs formulations (produits laitiers, préparations à base de fruits, crèmes glacés, produits à base émulsionnée, confiture et gelées).

La pectine peut être utilisée dans la fabrication des suspensions pharmaceutiques, des médicaments de détoxification et anti-diarrhéiques. La pectine permet de réduire le niveau de cholestérol et se présente aussi comme agent anticancéreux.

II.3.3. Production d'enzymes pectinolytiques

Les enzymes ont un double rôle en technologie alimentaire. D'une part, elles sont les catalyseurs de la cellule vivante, en accélérant les nombreuses réactions métaboliques des matières végétales et animales et en rendant ainsi possible la synthèse de groupe, se dégagent les enzymes pectinolytiques ou pectinases qui sont un groupe hétérogène d'enzymes qui hydrolysent les substances pectiques produites par les plantes supérieures et les micro-organismes (**Combo et al, 2011**).

II.3.3.1. Extraction

Les écorces d'orange ont été récupérées des ménages après extraction de leur jus, elles sont séchées à une température de 50°C puis broyées et tamisées dans une tamiseuse de type Endecotts (EFL 2000) pour obtenir des particules ayant des diamètres compris entre 0,2 et 0,8 mm.

Le principe d'extraction est de produire les pectinases par *Aspergillus niger* par fermentation sur milieu solide en utilisant les résidus d'orange comme substrat de base et la mesure des activités suivie d'une caractérisation partielle de l'enzyme produite

II.3.3.2. Utilisation

Ces enzymes trouvent une très large application dans l'industrie agro-alimentaire dont la principale utilisation est la clarification de jus de fruits. En effet, l'industrie des jus de fruits utilise souvent des pectinases isolées du genre *Aspergillus* et la première application remonte aux années 1930 pour la clarification du jus de pomme (**Sine, 2010**).

L'addition de pectinases au jus permet d'augmenter le rendement, d'améliorer l'extraction, d'hydrolyser les substances pectiques en suspension et d'abaisser la viscosité, donc, faciliter la filtrabilité des jus (**Sadhana et al, 2006**).

II.3.4. Production des biocarburants

La richesse des écorces d'agrumes en sucres a permis aussi leur utilisation pour la production de biocarburants (éthanol), des biogaz, obtenus par hydrolyse enzymatique, suivi par une fermentation en utilisant *Saccharomyces cerevisiae*. Ce procédé nécessite initialement l'enlèvement du D-limonène des écorces d'agrumes car il est extrêmement toxique pour l'activité biologique des microorganismes et inhibe le procédé de la digestion anaérobique. Le limonène récupéré est ensuite utilisé dans plusieurs applications comme il a été précédemment discuté (**Wilkins et al, 2007**).

II.3.5. Les pâtes d'oranges

La pâte d'orange est une excellente base naturelle pour parfumer et colorer les produits alimentaires. Sa richesse en pectines assure une turbidité stable dans les boissons rafraîchissantes et les sirops à l'orange. Elle contient en proportion non négligeable des substances bénéfiques pour l'organisme comme l'acide ascorbique et les flavonoïdes.

II.3.5.1. Fabrication de la pâte d'orange

La préparation des pâtes d'oranges ou (comminuted orange) a été décrite par **Braverman** et **Levi**. Les oranges entières ou leur écorce seulement, ou des proportions variées de jus d'écorce et de pulpe sont désintégrées mécaniquement et transformées par broyage en une fine pâte colloïdale.

Dans quelques cas le broyage est précédé par une cuisson de l'écorce dans une bassine en acier inoxydable à double paroi pour l'amollir.

En réalité, la préparation et la composition des pâtes d'oranges varie beaucoup d'une usine à l'autre. On peut partir de l'orange entière, soumise à une forte pression de vapeur et décompressée brutalement pour faire éclater les tissus. Ou bien on utilise les déchets de fabrication du jus : pulpes et écorces, que l'on additionne de jus ou d'eau pour donner une fluidité satisfaisante à la préparation. Les essais réalisés par l'un de nous démontrent que pratiquement toutes les variétés commerciales conviennent à la préparation des pâtes.

II.3.6. Les flavonoïdes

Les écorces d'agrumes sont riches en composés phénoliques, essentiellement des flavonoïdes et des acides phénoliques. Les flavonoïdes des écorces d'agrumes sont caractérisés par leur activité antioxydante, thérapeutique, antivirale, antifongique et antibactérienne. Grâce à cette richesse, l'extraction des composés phénoliques à partir des écorces d'agrumes a considérablement attiré l'intérêt scientifique pour les utiliser comme des antioxydants naturels,

conservateurs principalement dans les aliments mais aussi dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique (**Wang et al, 2008**).

Ces quelques applications potentielles des substances bioactives des écorces d'agrumes en alimentation fonctionnelle, en pharmacie et en cosmétique ou en d'autres applications telles que la chimie et la conception de nouveaux matériaux ne sont possibles que si les molécules sont extraites tout en gardant leurs fonctionnalités.

II.3.7. Caroténoïdes

La couleur des écorces et de la pulpe des oranges matures est due aux pigments dit caroténoïdes, qui sont des pigments synthétisés par les plantes dans le but de les protéger avec leurs propriété antioxydante (**Boubkri, 2014**), et leurs abondances fait une source importante des nutriments alimentaires (**Sharma et al, 2017**). Les caroténoïdes sont classés généralement en deux principales classes qui sont les caroténoïdes hydrocarbonés connus sous le nom de carotènes (exemple : la β -carotène et le lycopène), et les caroténoïdes oxygénés connus sous le nom de xanthophylles (exemple de : lutéine, violaxanthine). Plus de 115 caroténoïdes ont été découverts chez les agrumes principalement au niveau de l'écorce qu'au niveau de la pulpe contribuant à divers couleurs allant de jaune au rouge. (**Sharma et al, 2017**)

II.3.8. Vitamines (vitamine C)

Les vitamines de l'écorce d'orange sont représentées essentiellement par la vitamine C (**Chidankumar et al, 2011**). La vitamine C ou également l'acide ascorbique est une vitamine hydrosoluble, sensible à la chaleur et à l'oxygène, la vitamine C est nécessaire pour de nombreuses fonctions physiologiques de la biologie humaine. La plupart des plantes et des animaux peuvent synthétiser l'acide ascorbique. Elle est un antioxydant puissant capable de neutraliser les espèces réactives de l'oxygène (ERO). (**Boubkri, 2014**).

II.3.9. L'usage pharmaceutique

Les extraits naturels des écorces sont également l'un des intrants de l'industrie pharmaceutique pour la préparation de médicaments, de savons, de parfums et autres produits cosmétiques. De plus, les écorces d'agrumes sont riches en limonène, qui est employé dans la formulation de solvants industriels mais aussi comme solvant biologique. Le linalol et le citral extraits des écorces de pamplemousse et d'orange douce ont des effets antibactériens contre *Campylobacter jejuni*, *E.coli*, *L.monocytogenes* et *Bacillus cereus*. Le citral est un composé actif aussi contre le *Penicillium digitatum* et *Aspergillus niger*. Pour ces raisons, les huiles essentielles peuvent être utilisées comme une alternative aux fongicides synthétiques.

II.3.10. Les alimentations du bétail

Les sous-produits d'agrumes peuvent être aussi utilisés en tant qu'aliment pour bétails. En effet, leur utilisation en alimentation du bétail soit sous forme brute, soit après transformation en mélasse.

II.3.11. Autre utilisation

La cellulose est aussi utilisée dans la production de la pâte à papier ou comme matière première pour les dérivés de cellulose. Les écorces d'agrumes sont également utilisées dans les réactions biochimiques telles que la production du plastique biodégradable par la copolymérisation de limonène extrait des écorces d'agrumes et le dioxyde de carbone.

Conclusion

Conclusion

Les agrumes représentent l'une des récoltes de fruits les plus importantes dans le monde. Leur production mondiale est estimée à plus de 115 millions de tonnes par an dont 517 milles tonnes ont été produits en Algérie. Cette dernière occupe la 19^{eme} place mondiale et la 2^{eme} dans l'Union Maghrébin Arabe.

Les agrumes occupent aujourd'hui la seconde place dans les échanges mondiaux des produits végétaux. Dans l'industrie agroalimentaire, les oranges sont largement exploitées pour en extraire leur jus, vitamine C, voire des pectines. Mais, les déchets de ces transformations, principalement les écorces, sont souvent jetées. Or, ces dernières peuvent nous fournir des composés à propriétés biologiques importantes notamment les huiles essentielles, les polyphénols, les polysaccharides, et les pectines.

La consommation et l'industrie de transformation des agrumes génèrent de gigantesques masses de sous-produits tels que les écorces, les pulpes et les pépins. Ces derniers présentent une marge de 45 à 60 % du fruit entier et qui sont souvent rejetés dans la nature. Au cours de la transformation des agrumes, les écorces sont les sous-produits primaires, non traitées, elles deviennent une source de pollution environnementale. Les écorces sont utilisées comme mélasse pour l'alimentation des animaux, fibres (pectine) et pour la production du carburant. Des études récentes ont montré que ces écorces sont une source de composés biologiquement actifs. Elles sont riches en vitamine C et en métabolites secondaires tels que les composés phénoliques en particuliers les flavonoïdes et les huiles essentielles. Ces dernières sont les composés les plus importants grâce à leurs diverses activités biologiques tels que les activités antimicrobienne, antifongique, anti-inflammatoire et antioxydante.

Comme perspectives, il est nécessaire de réaliser une caractérisation détaillée du déchet issu de la fabrication du jus, suivi d'une séparation physico-chimique afin d'obtenir des différents sous-produits. Les sous-produits obtenus tels que les pectines, les huiles essentielles, les polyphénols, seront analysées par les différentes techniques d'analyses.

Références bibliographiques

-A-

Agroline. (2014). L'essentiel de l'agroalimentaire et l'agriculture. http://www.agroligne.com/IMG/pdf/AGROLIGNE_87_web.pdf. Accessed 20 Oct 2015. 87, 16 - 17.

-B-

Baker, G. R., R. F. Lowe et I. A. Southwell. (2000). Comparison of oil recovered from tea tree by ethanol extraction and steam distillation. *Journal of Agricultural Food Chemistry*. 48: 4041-4043.

Beneteaud, E. (2011). « Les techniques d'extraction », Comité Français du Parfum.

Bénédicte et Michel, B. (2011). Agrumes comment les choisir et cultiver facilement. Les éditions eugenulmer, 8 rue Blanche, Paris, N° d'édition: 440-01.p.127.

Bégin D., Gérin M. (2010). La substitution de solvant par le d-limonène. Université de Montréal. Faculté de médecine du travail et d'hygiènes de milieu. <https://www.irsst.qc.ca/media/documents/pubirsst/b-057.pdf>

Belaïche P. (1979). Traité de phytothérapie et d'aromathérapie. Ed. Maloine SA., tome1. 9-128.

Bicchi C., (2000). Essential oils/Gas Chromatography. University of Turin, Turin, Italy. Academic Press.2744-2755.

Boubekri C. (2014). Etude de l'activité antioxydante des polyphénols extraits de *Solanum melongena* par des techniques électrochimiques, Université Mohamed Khider Biskra.

Bousbia N. (2011). Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).

Braverman, J. B. S, Aaron Levi. (1960). Comminute d'oranges. A novel process for its manufacture. *Food Technology*, vol. 14, 2, p. 106-109.

Bruneton J. (1999). Pharmacognosie, phytochimie. Plantes médicinales Technique et documentation. Lavoisier, 3ème Ed., Paris.

-C-

Chemat, F., Lucchesi, M.E., Smadja, J., Favretto, L., Colnaghi, G. and Visinoni, F. (2006). Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: rapid, clean and environmentally friendly approach. *Analytica Chimica Acta*. 555: 157–160.

Chiasson H. et Beloin N. (2007). Les huiles essentielles, des biopesticides « Nouveau genre ». *Journal of Economic Entomology*, 97, 1378-1383.

Chidankumar C.S., Mythily R. and Chandraju S., (2011). Extraction of Carbohydrate from Sweet Orange Peels (*Citrus sinensis* L.) and their Identification via LC /MS & Thin Layer Chromatographic Analysis. *Biosciences, Biotechnology, Research. Asia*, 8(2), 709-715.

Combo,M.M.A., Mario,A., Michel,P. (2011).Les oligosaccharides pectiques: Production et applications possibles. *BiotechnolAgron. Soc. Environ* .15(1), 153-164.

-D-

De Souza, A.T., Benazzi, T.L., Grings, M.B., Cabral, V. and Antônio, E. (2008). Supercritical extraction process and phase equilibrium of Candeia (*Eremanthus erythropappus*) oil using supercritical carbon dioxide. *J. of Supercritical Fluids*. 47: 182–187.0

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.

Donato L., (2004). Gélification et séparation de phase dans les mélanges protéines globulaires/pectines faiblement méthylées selon les conditions ioniques. Thèse Doctorat de l'École Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.

-E-

Edris A.E. (2007). Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents.*PhytotherapyResearch*, 42 (4), 308–323.

-F-

FAO.(2012). Citrus fruit fresh and processed.*Annu. Stat. CCP: CI/ST/2012* .http://www.fao.org/fileadmin/templates/est/COMM_MARKETS_MONITORING/Citrus/Documents/CITRUS_BULLETIN_2012.pdf. Accessed 15 Oct 2015.

FAO, (2016). Citrus fruit fresh and processed statistical bulletin 2016. (www.fao.org/faostat).

Fellah, S. Romdhane, M. and Abderraba, M. (2006). Extraction et étude des huiles essentielles de la salvia officinalis.l cueillie dans deux régions différentes de la Tunisie. *Journal de la Societe Algerienne de Chimie*. 16: 193-202.

Ferhat M. A., Meklati B. Y., Chemat F. (2010). Citrus d'Algérie, les huiles essentielles et leurs procédés d'extraction. *Office des Publications Universitaires*. P 38, 42, 52-57

-G-

Guimaraes R., Barros L., Barreira J.C.M., Sousa M.J., CarvalhoA.M et F Erreira I.C.F.R., (2010): Targeting excessive free radicals with peels and juices of citrus fruits: Grapefruit, lemon, lime and orange. *Food Chem. Toxicol.*, Vol. 48, pp: 99-106.

-H-

Hendrix C.M. et Redd J.B., (1995): Chemistry and Technology of Citrus juices and By-Products. In: Ashurst, P.R., 1995: Production and Packaging of Non-carbonated Juices and Fruit Beverages. Edition Blackie Academic and Professional, pp: 53-87.

-I-

Isman M.B. (2000). Plant essential oils for pestans disease management. Crop protection, 19 (8), 603-608.

-k-

Kaloustian J. (2012). La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie. Edition springer. Paris, France.

Kulisc, T.; Radonic, A.; Katalinic, V.; and Milos, M. (2004). Use of different methods for testing antioxidative activity of oregano essential oil. Food Chemistry. 85: 633–640.

-O-

Okwn D.E., Emetnike , I.N. (2006). Evaluation of phytonutrients and vitam in contentsof Citrusfruits. International Journal of Molecular Medicine and Advance Science 1: 1-6.

Omoba O.S., Obafaye R.O., Salawu S.O., Bolignon A.A. et Athayde M.L. (2015). HPLC-DAD phenolic characterization and antioxidant activities of ripe and unripe sweet orange peels. Antioxidants. 4: 498-512.

Ouldyyerou K., IbriK., Bouhadi D., Hariri A., Meddah B. et Tirtouil A. (2016). Effect of orange Citrus sinensis peel from Algeria in food. Banat's Journal of Biotechnology. 3(14): 97-100.

-P-

Praloran, J.C., (1971). Les agrumes, Maisonneuve G.P., Larose, Paris. USDA (United States Department of Agriculture). 2014. Citrus: World Markets and Trade 4.

Putnik, P., BursacKovačević, D., RežekJambrak, A., Barba, F. J., Cravotto, G., Binello, A., Shpigelman, A. (2017). Innovative “green” and novel strategies for the extraction of bioactive added value compounds from citrus wastes - A review. Molecules, 22(5).

<https://doi.org/10.3390/molecules22050680>.

-R-

Rafiq S., Kaul R, Sofi S.A., Bashir N., Nazir F. et Naik G.A. (2016). Citrus peel as a source of functional ingredient. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*.30: 1-8.

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

Rozzi N. L., Phippen W., Simon J. E. and. Singh R. K, (2002). Supercritical fluid extraction of essential oil components from lemon-scented botanicals. *Lebensm.-Wiss. U.-Technol.*, 35: 319–324.

-S-

Sadhana, N., Yashdeep, P., Divya, S., Anand, N., Anil, K. (2006). Production of polygalacturonase by immobilized cells of *Aspergillus niger* using orange peel as inducer. *Process Biochemistry*, 41 ,1136–1140

Sahraoui, N., Abert Vian, M., Bornard, I., Boutekdjiret, C. and Chemat, F. (2008). Improved microwave steam distillation apparatus for isolation of essential oils, comparison with conventional steam distillation. *Journal of Chromatography A*. 1210: 229–233

Salisova M., Toma S., Mason T.J. (1997). Comparison of conventional and ultrasonically assisted extractions of pharmaceutically active compounds from *Salvia officinalis*. *Ultrasonics Sonochemistry*, 131 – 134. In Bousbia N. 2011. Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon, Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).

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.

Satari, B., & Karimi, K. (2018). Citrus processing wastes: Environmental impacts, recent advances, and future perspectives in total valorization. *Resources, Conservation and Recycling*, 129(October 2017), 153–167. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.10.032>.

Serranoma.A., Martinez-Romero. D., Guillenf., Valverde J.M., Zapata.P.J., Castillo S et Valero D. (2008). The addition of essential oils to MAPs as a tool to maintain the overall quality of fruits. *Trends in Food Science and Technology*, 19, 464-471.

Sharma K., Mahato N., Cho M.H., and Lee Y.R, (2017). Converting citrus wastes into value-added products: Economic and environmentally friendly approaches. *Nutrition*, 34, 29-46.

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.

Sine P.J (2010). Enzymologie et applications. Ed. Ellipes, Sciences de la vie et de la terre.

Spiegel-Roy P et Goldschmidt E.E, (1996): Biology of Citrus. 1^{er}édition ;Editin Cambridge University Press. 239p.

-T-

TONGNUANCHAN P et BENJAKUL S. (2014). Essentiial oils extraction, bioactivities and their uses for food preservation. Journal of Food Science, 79 (7), 1231-1249.

-V-

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

Vinatoru M., Toma M., Radu O., Filip P.I., Lazurca D., Mason T.J. (1997). The use of ultrasound for the extraction of bioactive principles from plant materials. Ultrasonics Sonochemistry, 4(2) 135 – 139.

-W-

Wang, X., Chen, Q. and Lu, X., (2014). Pectin extracted from apple pomace and citrus peel by subcritical water. Food Hydrocolloids. 38, 129-137.

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

Wang Y-C., Chuang Y-C and Ku Y-H, (2007). Quantitation of bioactive compounds in citrus fruits cultivated in Taiwan. Food Chemistry, 102(4), 1163–1171.

Wilkins, M. R., Widmer, W. and Grohmann, K., (2007). Simultaneous saccharification and fermentation of citrus peel waste by *Saccharomyces cerevisiaeto* produce ethanol. ProcessBiochemistry. 42 (12), 1614-1619.