



Réf : ...../UAMOB/F.SNV.ST/DEP.BIO/2018

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

### EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Domaine : SNV      Filière : Sciences Biologiques  
Spécialité : Physiologie cellulaire et physiopathologie

Présenté par :

*BRAHIMI Nour el houda & DAHMANI Hanane*

### *Thème*

*Cinétique de séchage conventionnelle (étuve)  
Des fines tranches d'orange sanguine Moro Citrus sinensis  
(L.) Osbeck, et étude de l'activité antioxydante.*

Soutenu le : 30 / 06 / 2018

Devant le jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>		
<i>M. DAHMOUNE F</i>	<i>MCA.</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Président</i>
<i>M. REMINI H</i>	<i>MCB</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Promoteur</i>
<i>Mlle.ADEL Khadidja</i>	<i>Doctorante</i>	<i>Univ. de Bouira</i>	<i>Co-Promoteur</i>
<i>M. BELBAHI A</i>	<i>MCB</i>	<i>Univ. de M'sila</i>	<i>Examineur</i>

Année Universitaire : 2017/2018

## **Remerciement**

*Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah, le clément et le miséricordieux de nous avoir donné la force et la patience de mener à bien ce modeste travail.*

*Nos remerciements les plus vifs s'adressent à notre encadreur REMINI.H qui nous a accordé l'honneur de diriger ce travail et pour son accueil chaleureux dans le laboratoire de l'université, la qualité de son encadrement, son exactitude, ainsi ses conseils qui nous seront toujours précieux.*

*Nos remerciements les plus sincères s'adressent également à Mr DAHMOUNE F. d'avoir accepté de présider le jury, Ainsi que et Mr BELBAHI A. de nous avoir fait l'honneur d'examiner notre travail.*

*Nos remerciements les plus distingués à M<sup>me</sup> ADEL ABDERRAHIM Khadidja et M<sup>elle</sup> MAMERI Amal pour leurs encouragements, leurs conseils ainsi que leurs aides illimitées, qu'elles trouvent dans ces phrases l'expression de notre profonde reconnaissance.*

*Nous exprimons notre gratitude aux personnels du laboratoire sans exception.*

*Nous adressons aussi nos sincères remerciements à l'ensemble des enseignants de l'université de Bouira qui ont contribué à notre formation.*

*En définitive, nous remercions toute personne qui a participé de près ou de loin, de façon directe ou indirecte, à la réussite de ce travail pour lequel nous avons tant consacré en y mettant aussi tout notre cœur.*

*Merci*



## ***Dédicaces***

*À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne pouvais ni vivre ni arriver à ce que je sois.*

*À ma mère, la lumière de ma vie, pour son amour, soutien et patience.*

*J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donnera l'occasion de les honorer et de leurs rendre ce qu'ils méritent.*

*À Mes sœurs **NOUR EL IMANE, IKRAM, HIBA et CHAHAD**,  
mon aide dans le parcours de la vie.*

*À Mes frères, ma joie et ma fierté, que Dieu les garde et les protège  
**YOUSEF et DJOUD.***

*À mon fiancé **MOUNIR** qui m'a soutenu tout au long de mon trajet  
d'étude, merci de bon cœur.*

*À toute la promotion de physiologie cellulaire et physiopathologie, toutes  
mes amies sans exception surtout **MADI dyhia et NOUAL Nour El  
houda.***

*Toutes mes amies : **Bouchra, Loubna, souad, imane, Khadidja, Widad  
et Marwa***

*Et à tous mes collègues*

*À ma collègue **HANANE** et toute sa famille.*

***NOUR EL HOUDA***

## ***Dédicaces***

*A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour*

*A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus  
difficiles.*

*Et ceux à qui je dois tant*

*A **Mes parents**, sans qui je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui, pour  
leurs amour et leurs dévouement à chaque instant.*

*A mes frères **FARID, MERZOUK, et MOHAMED** et à mes sœurs  
**NOURA et OUAHIBA.***

*A mon neveux **AYOUB**, et mes nièces **SARA, ALA, et IMANE.***

*A toute **ma famille.***

*A ceux qui m'ont soutenu de loin ou de près.*

*À toutes mes amies qui me connaissent sans exception.*

*A toute la promotion de **physiologie cellulaire et physiopathologie.***

*Et bien sûr à ma binôme **Brahimi Nour el Houda***

**HANANE**

## *Liste des abréviations*

**Abs:** Absorbance.

**ABTS:** Acide 2, 2,-azinobis-3-ethylbenzothiasoline-6-silfonic

**DPPH :** 1,1-diphenyl-2-picryl-hydrazile

**DCPIP :** 2,6-dichlophenole-indophénole

**EqAG :** Equivalent milligramme d'acide gallique

**EqCya-3-Glu :** Equivalent milligramme cyanidine-3-glucoside.

**ES :** Extrait sec.

**FAO :** Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

**FD :** Facteur de dilution

**IPP :** Indice de polyphénol.

**MHZ :** Mégahertz.

**MO :** Micro-onde.

**MS :** Matière sèche.

**TCA :** Acide trichloracétique.

**TH :** Taux d'humidité.

**PPT :** Polyphénols totaux.

**PM :** Poids moléculaire.

**µm:** Micromètre.

**nm :** Nanomètre.

**mM :** Milli mole.

**µl :** Microlitre

**Mg Eq AG/ml:** Milligramme équivalent de l'acide gallique par millilitre.

**Rpm :** Rotation par min.

## *Liste des figures*

Figures	Titres	Pages
01	Coupe équatoriale d'une orange.	05
02	Structure du phénol.	08
03	Acides hydroxycinnamiques des écorces d'agrumes.	09
04	Structure de base des flavonoïdes.	09
05	Structure générale des anthocyanes.	10
06	Photographie de morceaux d'orange après séchage (oranges séchés à l'étuve).	17
07	Réaction de chélation de trichlorure d'aluminium avec les flavonoïdes.	19
08	Formation et piégeage du radical ABTS <sup>•+</sup> par un donneur de H <sup>•</sup>	20
09	Réaction du DPPH <sup>•</sup> avec un antioxydant	22
10	Réduction du fer ferrique en fer ferreux par un antioxydant (AH)	23
11	L'évolution de la perte de masse en fonction du couple temps-température du séchage à l'étuve.	24
12	Teneur en polyphénols totaux des extraits d'orange Moro séchés à l'étuve.	25
13	Teneurs en flavonoïdes des extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve.	26
14	Le pourcentage d'inhibition du radical ABTS <sup>•+</sup> des différents extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve.	27
15	Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH <sup>•</sup> des différents extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve.	28
16	Le pouvoir réducteur des différents extraits de l'orange séchée à l'étuve.	29

## *Liste des tableaux*

Tableaux	Titres	Pages
I	Récapitule les différents stades phénologiques des agrumes.	2
II	Classification botanique des agrumes.	4
III	Composition chimique globale de Citrus(pour 100g de fruit).	6
IV	Principaux modes de transfert de la chaleur.	12

## *Table de matières*

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....1

### *Synthèse bibliographique*

**I. Généralités sur les agrumes ..... 2**

**I.1. Orange..... 2**

**I.2. Cycle de vie des oranges..... 2**

**I.3. Classification botanique et taxonomie.....4**

**I.4. Structure morphologique..... 5**

*I.4.1.Epicarpe ou flavédo.....5*

*I.4.2.Mésocarpe ou albédo.....5*

*I.4.3.Endocarpe ou pulpe.....5*

**I.5. Différentes variétés des oranges..... 6**

*I.5.1.Les orange navels.....6*

*I.5.2. Les orange blondes.....6*

*I.5.3. Les orange sanguines.....6*

**I.6. Composition chimique d'orange..... 6**

*I.6.1. Différents antioxydants de l'orange.....7*

*I.6.2.Composés phénolique..... 8*

*I.6.2.1. Acides phénoliques..... 8*

*I.6.2.2. Flavonoïdes ..... 9*

*I.6.2.3. Anthocyanes ..... 9*

*I.6.3 . Vitamine C..... 10*



<b>II. Généralités sur le séchage.....</b>	<b>11</b>
<b>II.1.Définition.....</b>	<b>11</b>
<b>II.2. Objectif de séchage.....</b>	<b>11</b>
<b>II.3. Mode de transfert de la chaleur .....</b>	<b>11</b>
<b>II.4. Différents types de séchage.....</b>	<b>12</b>
<i>II.4.1. Séchage conventionnelle.....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.1.1. Séchage à l'étuve .....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.1.2. La lyophilisation.....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.1.3. Séchage solaire.....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.2. Séchage non conventionnelle.....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.2.1. Séchage par micro-ondes .....</i>	<i>13</i>
<i>II.4.2.2. séchage osmotique .....</i>	<i>14</i>
Partie expérimentale	
<b>III. Matériel et Méthodes.....</b>	<b>15</b>
<b>III.1. Matériels utilise .....</b>	<b>15</b>
<i>III.1.1. Appareillage .....</i>	<i>15</i>
<i>III.1.2. Produits chimiques.....</i>	<i>15</i>
<b>III.2. Matériels végétal .....</b>	<b>16</b>
<i>III.2.1. La collecte .....</i>	<i>16</i>
<i>III.2.2. Taux d'humidité.....</i>	<i>16</i>
<b>III.3. Le séchage à l'étuve ventilée.....</b>	<b>16</b>
<i>III.3.1. Préparation de l'échantillon.....</i>	<i>16</i>
<i>III.3.2. Broyage et tamisage .....</i>	<i>17</i>
<b>III.4. Protocole d'extraction .....</b>	<b>17</b>
<i>III.4.1 Macération.....</i>	<i>17</i>
<b>III.5. Etude des poudres séchées à l'étuve ventilée .....</b>	<b>18</b>
<i>III.5.1. Dosage des polyphénols .....</i>	<i>18</i>
<i>III.5.1.1. Principe .....</i>	<i>18</i>
<i>III.5.1.2.Mode opératoire.....</i>	<i>18</i>
<i>III.5.2. Flavonoïdes .....</i>	<i>19</i>
<i>III.5.2.1. Principe .....</i>	<i>19</i>

III.5.2.2. <i>Mode opératoire</i> .....	19
<b>III.6. Détermination de l'activité antioxydante</b> .....	<b>19</b>
III.6.1. <i>Test à l'ABTS</i> .....	19
III.6.1.1. <i>Principe</i> .....	19
III.6.1.2. <i>Mode opératoire</i> .....	20
III.6.2. <i>Test au DPPH</i> .....	21
III.6.2.1. <i>Principe</i> .....	21
III.6.2.2. <i>Mode opératoire</i> .....	22
III.6.3. <i>Le pouvoir réducteur</i> .....	22
III.6.3.1. <i>Principe</i> .....	22
III.6.3.2. <i>Mode opératoire</i> .....	23
<b>IV. Résultats et discussion</b> .....	<b>24</b>
<b>IV.1. Taux d'humidité de l'orange sanguine fraîche et sèche</b> .....	<b>24</b>
<b>IV.2. Cinétique de séchage à l'étuve ventilée de l'orange Moro</b> .....	<b>24</b>
<b>IV.3. Résultats de l'étude phénoménologique des poudres séchées</b> .....	<b>25</b>
IV.3.1. <i>La teneur en composés phénoliques des extraits de poudres séchées</i>	25
IV.3.2. <i>La teneur en flavonoïdes des extraits de poudres séchées</i> .....	26
<b>V.4. L'activité antioxydante des extraits de poudres séchées</b> .....	<b>27</b>
IV.4.1. <i>Activité antioxydante des extraits de l'orange séchées à l'étuve par le test</i> <i>ABTS.</i> + .....	27
IV.4.2. <i>Activité antioxydante des extraits de l'orange sanguines séchées au radical</i> <i>DPPH</i> +33.....	28
IV.4.3. <i>Le pouvoir réducteur des extraits de l'orange sanguines séchées à</i> <i>l'étuve</i> .....	28
<b>Conclusion</b> .....	<b>31</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Résumés</b>	

# *Introduction*

### Introduction

L'alimentation est aujourd'hui perçue comme un des facteurs de santé publique et les fruits et légumes sont particulièrement recommandés. Les arguments sous-tendent les bénéfices des fruits et légumes pour la santé : une contribution importante en micronutriments nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme, un effet protecteur contre les grandes pathologies chroniques (**Djerroud, 2010**).

De nombreux produits agricoles, consommés en grandes quantités ne sont pas toujours disponibles toute l'année. Une grande partie de cette production agricole (tomate, dattes, orange, etc.) se prête parfaitement à une conservation par séchage pour assurer une continuité dans sa disponibilité (**Lahmari et al., 2012**).

Le séchage est par définition l'opération d'éliminer par évaporation l'eau contenue dans un corps humide (solide ou liquide), le produit final obtenu étant toujours un solide. Cette définition peut être généralisée à l'élimination par évaporation de toute substance volatile d'un mélange (**Koné et al., 2013**). Le séchage est l'une des opérations unitaires les plus consommatrices d'énergie dans les industries de transformation. Dans un processus de séchage, une grande quantité d'énergie est nécessaire pour un chauffage efficace et le changement d'état de l'eau (**Feng et al., 2012**).

C'est dans cette optique que nous proposons dans le présent travail, l'intérêt du séchage conventionnel de l'orange sanguine (*Citrus Sinensis*), dans le but de préciser la meilleure température de séchage qui garde meilleure teneur des composés phénolique.

Afin de mieux situer le contexte dans lequel s'inscrit cette étude, une revue bibliographique est présentée incluant des généralités sur l'orange et sur le séchage.

L'objectif de la présente étude consiste à étudier une cinétique de séchage conventionnelle (par étuvage) d'une variété de l'orange *Citrus sinensis* (L.) Osbeck.

Ainsi nous cherchons par ce présent travail à déceler l'effet du séchage (par étuvage) sur la composition quantitative en anti-oxydants

# Partie théorique

# *Chapitre I*

## *Généralités sur les oranges*

## I. Généralités sur les agrumes

Les agrumes représentent l'une des récoltes de fruits les plus importantes dans le monde. Selon la FAO, la production mondiale (en 2012) est estimée à plus de 115 millions de tonnes par an dont 517 milles tonnes ont été produites en Algérie. Cette dernière occupe la 19<sup>ème</sup> place mondiale et la 2<sup>ème</sup> dans le Maghreb. Les agrumes incluent les citrons (*Citrus limon*), les mandarines (*Citrus reticulata*), les pomelos (*Citrus paradisi*), les clémentines (*Citrus clementina*), et les oranges (*Citrus sinensis*),...etc (**Lagha-Benamrouche et al., 2017**).

### I.1. L'Orange

Les oranges sont les plus consommées en raison de leur bonne saveur, leur valeur nutritive élevée et leur composition riche en molécules bioactives (plus de 170 composés phytochimiques sont décrits). Elles sont consommées comme dessert (fruit frais ou cuit), confiture ou jus (**Lagha-Benamrouche et al., 2017**).

### I.2. Cycle de vie des oranges

Les orangers sont des espèces fruitières à feuilles persistantes, le cycle de vie de cet arbre débute par une phase de dormance suivi par une phase de débourrement ou il y a le gonflement des bourgeons et le développement des feuilles suivis par une phase de floraison (début, pleine et fin) (**Agustí et al., 1997**).

**Tableau I:** Récapitulatif des différents stades phénologiques des agrumes (**Agustí et al., 1997**).

Stade de Croissance	Code	Interprétation
0 : Dormance	00	Début de dormance
	01	Début du gonflement des bourgeons
	09	Début du débourrement (les extrémités des feuilles visibles).
1: développement des feuilles	10	Séparation des premières feuilles.
	11	Les premières feuilles sont visibles
	15	D'autres feuilles sont visibles mais n'ont pas encore atteint leur taille finale.
	19	Les premières feuilles complètement développées

---

	31	Début de la croissance des pousses.
3: développement des pousses	32	Les pousses ont atteint d'environ 20 % de la longueur finale.
	39	Les pousses ont atteint environ 90% de leur taille finale.
<hr/>		
5 : apparition de l'inflorescence	51	Gonflement des bourgeons de l'inflorescence.
	55	les fleurs sont visibles mais encore fermées.
	57	Les sépales sont ouverts: la pointe des pétales, toujours fermés et visible.
	59	La plupart des fleurs avec des pétales formant une boule Creuse
<hr/>		
6 : La floraison	60	Les premières fleurs sont ouvertes.
	61	début floraison : environ 10%des fleurs sont ouvertes.
	65	Pleine floraison: environ 50% des fleurs sont ouvertes
	69	Fin floraison (tous les pétales sont tombés).
<hr/>		
7 : apparition de l'inflorescence	71	Nouaison du fruit : début du grossissement de l'ovaire, débutde la chute de jeunes fruits.
	73	Quelques fruits jaunissent : début de la chute physiologiquedes fruits.
	79	Le fruit a atteint environ 90% de sa taille finale
<hr/>		
8 : maturation du	81	Début de la coloration du fruit (changement de couleur).



fruit et de la graine	83	Le fruit est assez mûr pour être cueilli, bien qu'il n'a pas encore atteint la couleur spécifique à la variété.
	89	Le fruit a atteint la maturité demandée pour la consommation avec son goût et sa consistance caractéristique.

### I.3. Classification botanique et taxonomie

Bien que la classification de **Cronquist** est l'une des plus utilisées dans certains ouvrages et bases de données, plusieurs classifications botaniques des citrus ont été également proposées (tableau II). Les classifications des citrus sont basées essentiellement sur les critères morphologiques, anatomiques et chimiques (**Ortiz, 2002**).

**Tableau II:** Classification botanique des agrumes (**Cronquist, 1981; Khan et al., 2010; Kimball, D., 1999**).

	Classification de <b>Cronquist (1981)</b>	Classification de <b>Kimball (1999)</b>	Classification de <b>Khan et al. (2010)</b>
<b>Règne</b>	Plantae	Végétal	Végétal
<b>Embranchement</b>	Tracheobionta	Tracheobionta	Spermaphyte
<b>Division</b>	Magnoliophyta	Embryophyta	Angiosperme
<b>Classe</b>	Magnoliopsida	Magnoliopsida	Monocotylédoneae
<b>Sous classe</b>	/	/	Archichalmydeae
<b>Ordre</b>	Géraniales	Sapindales	Rosidae
<b>Sous ordre</b>	/	/	Germiineae
<b>Famille</b>	Rutaceae	Rutaceae	Rutaceae
<b>Tribu</b>	/	/	Citreae
<b>Genre</b>	<i>Citrus</i>	<i>Citrus</i>	<i>Fortunela,</i> <i>Poncirus</i> <i>et Citrus</i>

#### I.4. Structure morphologique

Tous les fruits des *citrus* cultivés présentent la même structure anatomique (**Ramful et al., 2011**). D'un point de vue botanique les agrumes sont des fruits charnus de type baie avec un péricarpe structuré en trois parties bien différenciées (**Duan et al., 2014**).

##### I.4.1. *Epicarpe ou flavédo*

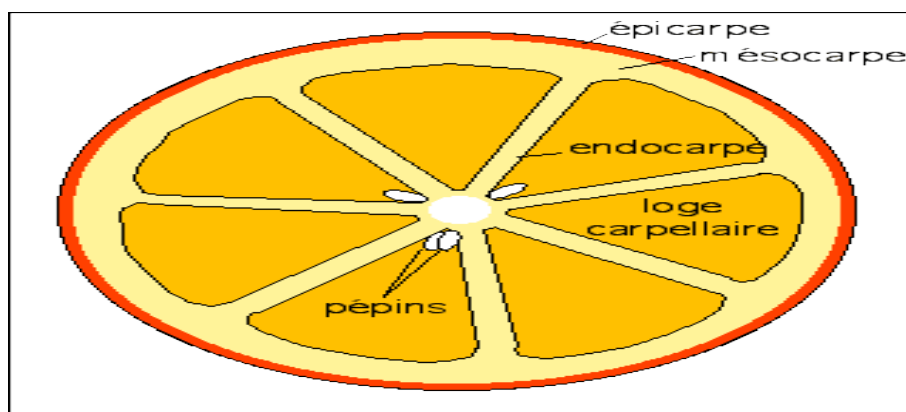
Est la partie la plus externe de l'écorce, colorée en jaune orangé ou en rouge. Elle comprend de nombreuses poches sécrétrices d'huile essentielles (**Tripoli et al., 2007**).

##### I.4.2. *Mésocarpe ou albédo*

Est la couche intérieure blanche et spongieuse et riche en pectines. La combinaison flavédo et albédo est appelée péricarpe, communément connu sous le nom d'écorce (**Tripoli et al., 2007 ; Salunkhe et al., 1995**).

##### I.4.3. *Endocarpe ou pulpe*

C'est la partie comestible du fruit, elle est composée des segments, recouverts par une membrane mince, les segments sont composés de vésicules de jus recouvertes par les membranes plus fines et contiennent les cellules de jus. Pendant que le fruit mûrit, le jus s'accumule dans les vacuoles et occupe la majeure partie du volume des cellules mures (**Kimball, D. A., 2012**).



**Figure 01.** Coupe équatoriale d'une orange (**Dominguez Lopez, 2002; Salunkhe et al., 1995**).

### I.5. Différentes variétés des oranges

Il existe de nombreuses variétés d'orange

#### I.5.1. Les oranges navels

Ces oranges sont les plus consommées sous forme de fruits (Saunt, 1990). Elles sont moins juteuses que la plupart des autres variétés et elles développent une certaine amertume lors du pressage ce qui peut les rendre impropres à une production de jus.

#### I.5.2. Les oranges blondes

Dont la principale variété est la Valencia, première variété commerciale de tous les types d'agrumes (Kimball, D. A., 2012). Les oranges blondes développent beaucoup moins d'amertume que les oranges navels lors de leur pressage.

#### I.5.3. Les oranges sanguines

Les oranges sanguines, le "Tarocco", le "Sanguinello" et le "Moro", sont les variétés généralement cultivées de *Citrus sinensis* (L.) Osbeck dans le pourtour méditerranéen. La variété Moro est la plus colorée de toutes les variétés d'orange sanguine (Remini et al., 2015). La couleur rouge (ou la couleur de Bourgogne) de l'orange sanguine est principalement associée au colorant d'anthocyanes (Choi et al., 2002). En effet, la couleur orange caractéristique des caroténoïdes est masquée ou partiellement masquée par les colorants hydrosolubles d'anthocyanes (Lee et al., 1990). La couleur rouge du fruit est un facteur important affectant le choix du consommateur et la marketing du fruit (Titta et al., 2010).

### I.6. Composition chimique d'orange

Les principaux composés de l'orange sont résumés sur le tableau III

**Tableau III.** Composition chimique globale de Citrus (pour 100 g de fruit).

Composition chimique	Caractéristiques	Valeur nutritive	Référence
L'eau	Avec plus de 83% d'eau, l'orange est un fruit particulièrement juteux et désaltérant. C'est dans cette eau que se trouvent sous forme dissoute les principaux éléments nutritifs.	83,2%	Bejar et al. (2011).

Les lipides (g)	Acide oléique, acide linoléique, acides palmitique et acide stéarique	1,66 g	<b>Bejar et al. (2011) et Salunkhe et al. (1995).</b>
Les protéines (g)	La teneur en azote des agrumes entiers varie entre 0,1 et 0,2% sur une base humide. Les constituants azotés d'agrumes : protéines, acides aminés peptides simples et des substances phosphatides Les protéines dans les agrumes sont relativement insoluble et sont Associées avec les protéines solides du fruit, tels que flavédo, et albédo	7,90 g 8,01 g	<b>Grigelmiguel et al. (1999) , Bejar et al. (2011) et Salunkhe et al. (1995).</b>
Les sucres (g)	La douceur des agrumes est due à la présence de glucose, fructose et saccharose. Les sucres peuvent varier de 1% dans certains citrons à près de 9% dans certains oranges	47,81g	<b>Marín et al. (2007) et Salunkhe et al. (1995).</b>
Les pigments	la couleur des écorces et de la pulpe de la plupart des oranges matures est due aux pigments caroténoïdes. La couleur de certaines variétés appelées orange sanguines telles que l'orange Maltaise et Moro est due aux caroténoïdes et aux anthocyanes	0,04g	<b>Wang et al. (2008)</b>

### I.6.1. Différents antioxydants de l'orange

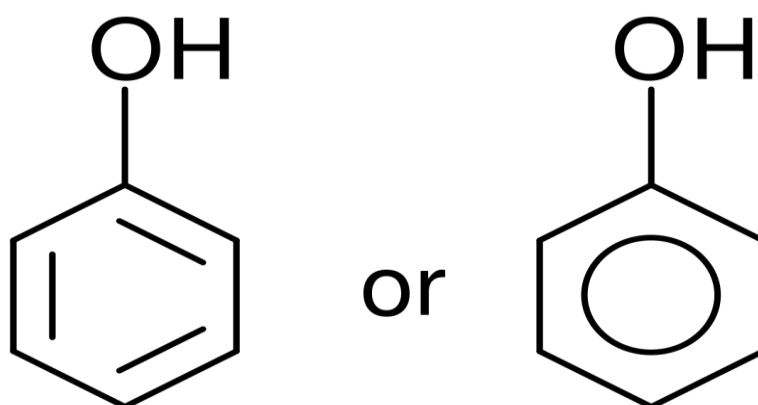
Un antioxydant est une molécule qui diminue ou empêche l'oxydation d'autres substances chimiques (**Penchev, 2010**).

Les antioxydants les plus connus dans l'orange sont le  $\beta$ -carotène (provitamine A), l'acide ascorbique (vitamine C), et les polyphénols. Ceux-ci incluent les flavonoïdes, les anthocyanes (notamment dans les fruits rouges et l'orange sanguine) (**Herberg et al., 2004**).

### 1.6.2. Composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires des végétaux. Ils sont présents dans toutes les parties de la plante (tiges, feuilles, racines,... etc.) (**Vaher et al., 2003**). Au niveau végétal, les composés phénoliques sont un moyen de défense contre le rayonnement U.V, les agressions par les pathogènes et ils contribuent à la pigmentation des plantes (**Manach et al., 2004**).

Les oranges sont une très bonne source de composés phénoliques (**Balasundram et al., 2006**). Ces derniers se trouvent en grande proportion dans l'écorce (plus de 15% que la pulpe) (**Gorinstein et al., 2001**) (**Figure 02**).

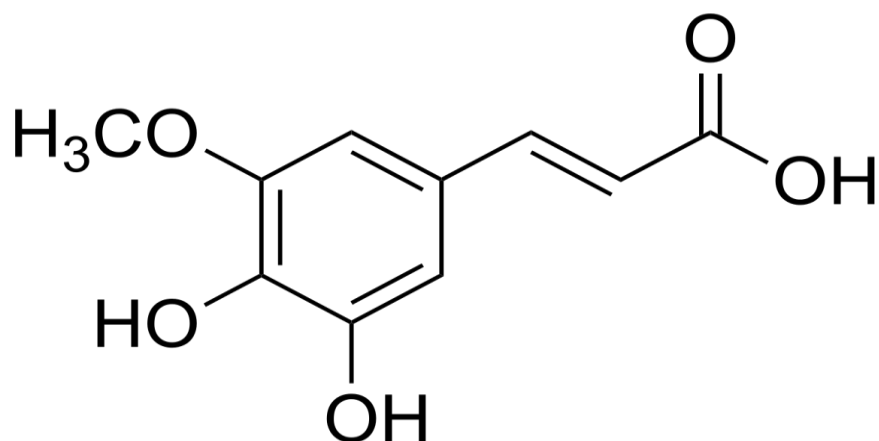


**Figure 02.** Structure du phénol (**Macheix et al., 2006**).

Les composés phénoliques présents dans les agrumes incluent les flavonoïdes (flavanones, flavones et flavonols), les anthocyanes et les acides phénoliques (**Berhow, 1998**).

#### 1.6.2.1. Acides phénoliques

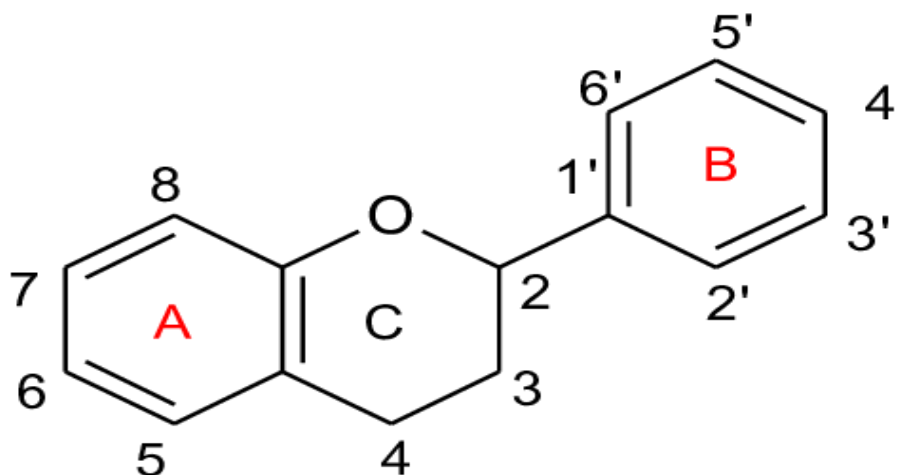
Un acide phénolique est un composé organique qui possède au moins une fonction carboxylique et un hydroxyle phénolique. Les acides phénoliques sont divisés en deux classes: les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques (**Richter, 1993**) (**Figure 03**).



**Figure 03.** Acides hydroxycinnamiques des écorces d'agrumes.

#### 1.6.2.2. Flavonoïdes

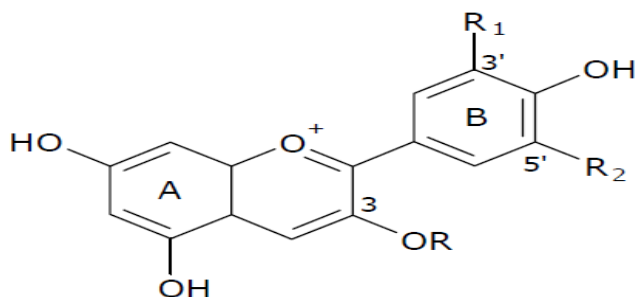
Les flavonoïdes représentent une classe de métabolites secondaires largement répandus dans le règne végétal (Erdman *et al.*, 2007; Ignat *et al.*, 2011). Les principaux groupes de flavonoïdes présents dans les écorces d'agrumes sont les flavanones, les flavones et les flavonols. La naringénine est un flavonoïde présent dans l'orange sanguine (Erlund *et al.*, 2001) (Figure 03).



**Figure 04.** Structure de base des flavonoïdes (Chebil, 2006).

#### 1.6.2.3. Anthocyanes

Ces composés sont responsables de la coloration rouge, bleue ou violette de nombreux fruits, légumes et fleurs. Les oranges sanguines contiennent une concentration élevée en anthocyanes (Figure 05).



**Figure 05.** Structure générale des anthocyanes (**Cheyrier *et al.*, 2006**).

### ***1.6.3. Vitamine C***

La vitamine C, acide ascorbique et acide déhydroascorbique, est un micronutriment qui n'est pas synthétisé par l'organisme humain. Il doit être apporté par les aliments (fruits et légumes). Il a un rôle antioxydant multiple : il inhibe le brunissement enzymatique, protège contre l'oxydation, comme il est connu pour ses effets anti radicalaires et réducteurs des métaux de transition (**Hollman *et al.*, 2010**).

*Chapitre II*  
*Généralités sur le séchage*



## II. Généralité sur le séchage

Le séchage est l'une des anciennes méthodes de conservation des aliments. Selon **Alibas (2007)**, Il consiste en une évaporation de l'eau et de composés volatils, réduisant la croissance des micro-organismes et des réactions chimiques non désirées telles que le brunissement enzymatique afin d'augmenter la vie du produit. Il aide à obtenir un produit sec et homogène (**Abouo et al., 2016**).

Le séchage est considéré aussi comme processus de transfert d'une chaleur et une masse simultanées. Divers produits physiques, chimiques et nutritionnels surviennent des changements pendant le séchage des aliments et sont affectés par un nombre de paramètres de transferts de chaleur et de masse internes et externes. Les paramètres externes peuvent inclure la température, vitesse et humidité relative du milieu de séchage (air), tandis que les paramètres internes peuvent inclure la densité, la perméabilité, porosité, caractéristiques de sorption – désorption et Propriétés thermo physiques du matériau à sécher. Dans ce cas la chaleur et le transfert de masse dans le produit aidera à améliorer des paramètres de processus de séchage et donc la qualité (**Kaya et al., 2008**).

Quel que soit le mode de séchage, le transfert d'eau est due à la différence de pression de vapeur d'eau entre l'intérieur et la surface du produit, ce qui fournit une force entrainante pour l'humidité (**Maskan, 2001**)

### II.2. Objectif du séchage

L'objectif principal du séchage est de diminuer l'activité de l'eau de divers matériaux périssables qui consiste de convertir ce dernier en produits stabilisés. Il consiste à enlever l'humidité d'un produit par évaporation de l'eau qu'il contient aux valeurs  $< 0,5$ , afin de permettre leur stockage à la température ambiante (**Bonazzi et al., 2011**).

### II.3. Modes de transfert de la chaleur

Le séchage fait appel aux trois modes de transfert de chaleur par conduction, par convection et par rayonnement. Ceux-ci sont utilisés seuls ou combinés entre eux.

**Tableau IV.** Principaux modes de transfert de la chaleur (Boussalia, 2010).

Mode de transfert de la chaleur	Les voies de transfert de chaleurs
Séchage par conduction	L'énergie thermique nécessaire au séchage est apportée non pas sous l'influence d'un gaz en mouvement autour du produit à sécher, mais par contact direct entre le produit et une paroi chauffée.
Séchage par convection	En séchage industriel, il s'agit probablement du mode de séchage le plus courant. Il consiste à mettre en contact, un gaz (air) s'écoulant en régime généralement turbulent, autour du corps à sécher, qui peut se présenter sous forme de particules, de gouttelettes, de fibres ou de plaques, pour un séchage par convection, les échanges de chaleur et de masse entre le produit à sécher et l'air de séchage sont déterminés par les coefficients de transfert à la surface, qui dépendent des caractéristiques de l'air (vitesse, température, humidité). La convection est un mode de transfert rapide.
Séchage par rayonnement	Ce mode est destiné aux produits en plaque (carton, viande), ou en fibre (tissu, papier), mais aussi aux produits granulaires de faibles épaisseurs (cigarettes). L'énergie est apportée aux produits à sécher par des ondes électromagnétiques (rayonnement), soit par élévation de la température d'un émetteur infrarouge.

#### II.4. Les différents types de séchage

Différentes types de séchage conventionnel (solaire, à l'étuve et lyophilisation) et non conventionnel (par micro-onde et osmotique) sont utilisés pour sécher différents aliments. Cependant, chaque technique de séchage a ses propres avantages et inconvénients.

### ***II.4.1. Séchage conventionnel***

#### ***II.4.1.1. Séchage à l'étuve***

Cette méthode, l'air chauffé est mis en contact avec le matériel humide pour le transfert de chaleur et le transfert massif ; la convection est principalement impliquée. Il faut préciser la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour, et la taille de l'échantillon à tester. Le choix de ces deux critères (taille et temps de séjours) doit être adapté au rapport surface/volume (**VASSEUR, 2009**).

#### ***II.4.2.2. La lyophilisation***

La lyophilisation est une méthode de conservation des produits par déshydratation qui met en œuvre une sublimation de la glace, c'est-à-dire un passage direct de l'état solide à l'état vapeur. Ce procédé se déroule toujours en trois étapes:

- La congélation du produit
- La sublimation (ou déshydratation primaire) ou toute l'eau congelée est sublimée à basse température et génialement sous vide
- La désorption (ou déshydratation secondaire) a une température plus élevée, généralement sous vide aussi, ou l'eau non congelable est éliminée. Cette dernière opération est indispensable pour conférer au produit une teneur en eau suffisamment basse pour sa conservation (**Wolff et al., 1988**).

#### ***II.4.1.3. Séchage solaire***

Le séchage et tout particulièrement le séchage au soleil est l'une des plus anciennes techniques de conservation des produits agroalimentaires utilisée par l'homme. Elle consiste en l'exposition du produit aux rayons du soleil et à l'air libre. Cependant, cette méthode présente plusieurs inconvénients, un étalage direct aux rayons ultraviolets du soleil peut causer la détérioration des vitamines de ce produit. Mais, il est aussi exposé aux intempéries aux insectes et à la poussière (**Chalal et al., 2008**).

### ***II.4.2. Séchage non conventionnel***

#### ***II.4.2.1. Séchage par microondes***

Les micro-ondes sont des rayonnements électromagnétiques non ionisants avec des fréquences dans la gamme de 300 MHz à 300 GHz. Les fréquences micro-ondes comprennent trois bandes: l'ultra haute fréquence UHF: 300 MHz à 3 GHz, la super haute fréquence SHF: 3 GHz à 30 GHz. et la très haute fréquence EHF: 30 GHz à 300 GHz. Actuellement,

2450 MHz est la fréquence la plus couramment utilisée pour le four micro-ondes domestique (**Haque, 1999**).

Le séchage à micro-ondes est basé sur la rotation bipolaire. En effet, les molécules d'eau changent leur direction, affectée par un champ électrique, interagissent avec leur environnement et molécules, par conséquent, l'énergie cinétique de l'eau est convertie rapidement en énergie thermique (de l'intérieur vers l'extérieur). En revanche, le transfert de chaleur est très lent lors de l'application du mode de convection (chauffage conventionnel), de la surface vers la partie interne de la denrée alimentaire. L'effet de l'énergie des micro-ondes à l'intérieur d'une substance dépend des propriétés diélectriques de cette substance, qui peut changer la distribution de chaleur dans l'échantillon. Dans un petit échantillon de denrées alimentaires, l'effet cumulatif des micro-ondes en fonction du temps entraînent un surchauffage au centre de l'échantillon.

Un des facteurs importants dans le séchage des micro-ondes est la densité de puissance (puissance spécifique) des micro-ondes (**Dehghannya et al., 2018**). Ces deux dernières décennies, l'application des micro-ondes a de plus en plus suscité de l'intérêt pour le traitement des aliments et des bioproduits (**Cheng et al., 2006**).

Les techniques de séchages par micro-ondes ont démontré leur efficacité pour certains nombre de produits agricoles (les herbes) (**Ozkan et al., 2007**).

#### ***II.4.2.2. Séchage osmotique***

La déshydratation osmotique présente un certain nombre d'atouts par rapport aux techniques traditionnelles de séchage. En particulier, l'aliment est traité à plus basse température (entre 5 et 85 °C) et à l'abri de l'oxygène (puisque'il est immergé), ce qui est particulièrement favorable pour les produits sensibles aux réactions de dégradation oxydative et thermique. De plus, le séchage osmotique permet de réduire la charge microbienne et ainsi de prolonger la période de conservation des produits (**Bchir et al., 2011**).



# *Partie expérimentale*

*Chapitre III*  
*Matériel et Méthodes*

**III. Matériel et Méthodes****III.1. Matériels utilisés*****III.1.1. Appareillage***

- Balance de précision
- Broyeur électrique
- Dessiccateur
- Etuve ventilée
- Tamiseur automatique
- Spectrophotomètre
- Vortex classic advanced
- La verrerie : tube à essai, bécher, erlenmeyer, flacon
- Autres : Spatule, micropipettes (100 et 1000 µl), papier d'aluminium, papier absorbant, papier filtre.

***III.1.2. Produits chimiques***

- Carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- Folin-ciocalteu
- Chlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ )
- Ethanol absolue 96% produit par (Sigma-Aldrich Co)
- Acetate de sodium ( $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )
- Tampon phosphate
- ABTS ( $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_4$ )
- DPPH ( $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{O}_6$ )
- TCA
- Acide gallique ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5$ )
- persulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{O}_8\text{S}_2$ )
- Ferricyanure de potassium  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$



## III.2. Matériel végétal

### III.2.1. La collecte

Ce présent travail porte sur l'étude de l'une des variétés généralement utilisées dans l'industrie de la boisson et des jus, l'orange Moro *Citrus sinensis* (L.) Osbeck; dont la partie étudiée est toute l'orange (l'écorce et la pulpe) ; était exempte d'altération (fongiques, bactériennes), ou de détérioration (mécanique, insecte, animaux). Le matériel végétal est récolté en mois de mars à partir d'un vergé agrumicole situé dans la région de Mainsra commune d'Oued Ghir wilaya de Bejaia.

### III.2.2. Taux d'humidité

La teneur en humidité a été déterminée par dessiccation à l'étuve. Une prise d'essai d'échantillon est séchée dans une étuve à  $103 \pm 2$  °C jusqu'à un poids constant. Les résultats sont exprimés en pourcentage (Nobel *et al.*, 1991). Donc onc un échantillon de 50 g de l'orange Moro *Citrus sinensis* (L.) Osbeck est porté à  $103 \pm 2$  °C pendant 03heures ensuite par des cycles de 30 minutes jusqu'à un poids constant pour le calcul du taux d'humidité de l'échantillon frais.

L'humidité est calculée selon la formule suivante

$$TH\% = (Pf - Ps / Pf - Pc) * 100$$

Où:

**TH (%)** : Taux d'humidité en pourcentage.

**Pc** : la masse du creuset vide (g).

**Pf** : la masse du creuset avec l'échantillon avant leSéchage (g).

**Ps** : la masse du creuset avec l'échantillon séché (g).

La matière sèche (MS) est obtenue comme suit

$$MS\% = 100 - TH\%$$

## III.3. Le séchage à l'étuve ventilée

### III.3.1. Préparation de l'échantillon

Au laboratoire, l'orange a été bien lavé avec de l'eau du robinet suivi de l'eau distillée, l'orange est découpée en fines tranches d'épaisseur de 0,5 à 1cmmaximum. Ces différentes

tranches ont subi un séchage à l'étuve ventilée (procédé conventionnel) à différentes températures (40, 60, 80 et 100 °C). Pour ce type de séchage, nous avons étalé les différentes tranches sur des barquettes en aluminium sur les étagères de l'étuve, la masse est suivie périodiquement, jusqu'à obtention d'une valeur constante, pour toutes les températures testées à l'étuve. Les essais de séchage ont été réalisés en triple pour chaque température.

### III.3.2. Broyage et tamisage

Après obtention d'une masse constante pour les échantillons séchés à l'étuve (**Figure 06**), les échantillons ont été broyés à l'aide d'un broyeur électrique. Les poudres ainsi obtenues ont été tamisées à l'aide d'un tamiseur automatique, jusqu'à avoir une granulométrie de 200  $\mu\text{m}$ . Après broyage et tamisage, les poudres ont été conservées dans des boîtes en verre alimentaires, hermétiquement scellées, à l'abri de la lumière et de l'humidité pour des analyses ultérieures.



**Figure 06.** Photographie des tranches d'orange après séchage (orange séchée à l'étuve.).

### III.4. Protocole d'extraction

La méthode de **Ladoh et al., (2014)** a été adoptée pour la macération des composés phénoliques totaux, et les étapes sont comme suit :

#### III.4.1. Macération

Les extraits bruts des échantillons étudiés ont été obtenus par macération. Ce type d'extraction est un simple contact entre le support solide et le solvant ; une masse poudre 1,25 g a été mélangée avec 25 ml d'éthanol à 96%, (v/v) ; le mélange a été mis sous agitateur

magnétique à température ambiante pendant 24h. Après macération, le mélange a été filtré à l'aide d'un papier filtre, le filtrat correspond à la fraction éthanolique.

### III.5. Etude des poudres séchées à l'étuve à différentes températures

#### III.5.1. Dosage des polyphénols totaux (Méthode du Follin-Ciocalteu)

##### III.5.1.1. Principe

Cette méthode est basée sur les réactions d'oxydoréductions, le réactif du Follin-Ciocalteu, acide de couleur jaune, est utilisé comme oxydant, il est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ). Lors de l'oxydation des polyphénols, le Follin est réduit en un mélange bleu d'oxyde de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $MO_8O_{23}$ ) et ça en présence de carbonate de sodium. L'intensité de la coloration est proportionnelle aux taux des polyphénols présents dans les extraits (**Georgé et al., 2005**).

Le réactif du Follin-Ciocalteu voit ses propriétés colorimétriques modifiées lorsqu'il est complexé à certaines molécules, il réagit avec la fonction OH des phénols, cette réaction se traduit par le développement d'une coloration bleu foncée, permettant de déterminer la concentration des polyphénols en se référant à une courbe d'étalonnage à partir des concentrations connues d'acide gallique (**Khatabi et al., 2012**).

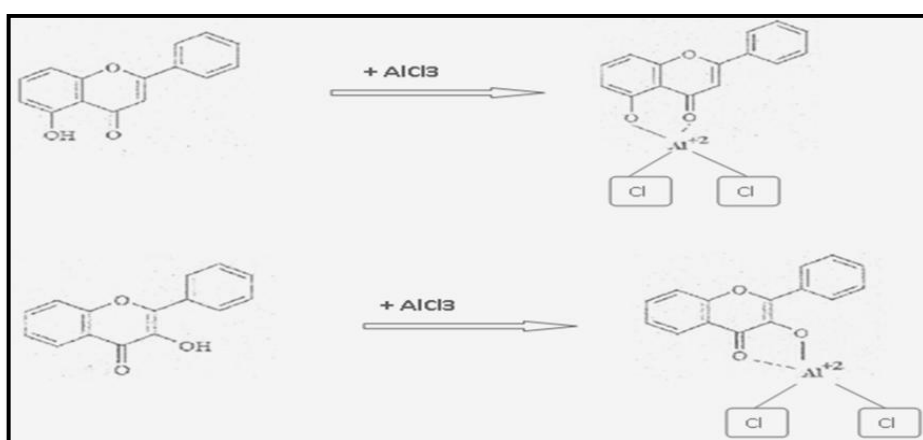
##### III.5.1.2. Mode opératoire

La teneur en composés phénoliques est estimée selon la méthode de **Singleton et al., (1965)**. Un volume de 0,2 ml de chaque extrait a été mélangé avec 1,5 ml du Follin-Ciocalteu (10%). Après 5 minutes, on rajoute 1,5 ml d'une solution de carbonate de sodium (6%). Le mélange a été incubé à température ambiante à l'obscurité pendant 1h et l'absorbance est mesuré à 725 nm à température ambiante par un spectrophotomètre UV-visible. Le blanc ne contenant pas d'extrait polyphenolique a été préparé dans les mêmes conditions réactionnelles. En se référant à une courbe d'étalonnage réalisée dans les mêmes conditions avec les polyphénols de référence d'acide gallique.

### III.5.2. Dosage des flavonoïdes

#### III.5.2.1. Principe

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ ). Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium) (Chang *et al.*, 2007). L' $\text{AlCl}_3$  forme un complexe très stable avec les groupements hydroxydes OH des phénols, ce complexe jaune absorbe la lumière visible à une longueur d'onde de 415 nm (Ribéreau-Gayon, 1968). (Figure 07).



**Figure 07.** Réaction de chélation de trichlorure d'aluminium avec les flavonoïdes (Arvouet-Grand *et al.*, 1994a, 1994b).

#### III.5.2.2. Mode opératoire

La teneur en flavonoïdes est déterminée selon la méthode décrite par Khennouf *et al.*, (2010); Un volume de 1 ml du trichlorure de l'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ ) à 2% (m/v) a été mélangé avec 1ml d'extraits dilué. Des lectures d'absorption à 415 nm ont été prises après 10 minutes d'incubation à l'obscurité et à température. En se référant à une courbe d'étalonnage réalisée dans les mêmes conditions avec les flavonoïdes de référence de la quercitrine.

## III.6. Détermination de l'activité antioxydante

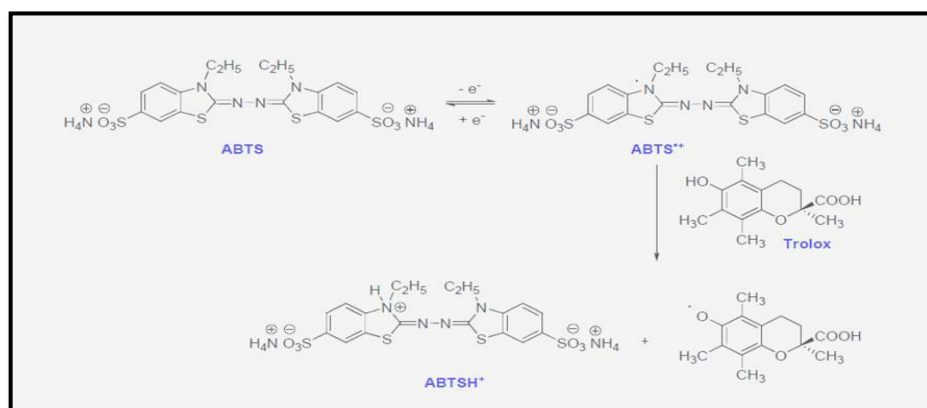
### III.6.1. Test à l'ABTS<sup>•+</sup>

#### III.6.1.1. Principe

L'activité anti radicalaire des extraits est déterminée par une méthode basée sur la réduction du radical ABTS<sup>•+</sup> « 2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonic acid) » qui

est utilisé comme un radical libre pour évaluer l'activité antioxydante des échantillons. Ce radical cationique est facilement formé par oxydation en présence de persulfate de potassium pour donner une solution colorée en vert-bleue (**Prouillac, 2006**).

L'addition d'un antioxydant à la solution radicalaire cationique entraîne la réduction du radical et une diminution de l'absorbance (**Figure 08**). Cette diminution dépend de l'activité antioxydante des composés testés, du temps et de la concentration (**Re et al., 1999**).



**Figure 08.** Formation et piégeage du radical  $ABTS^{\bullet+}$  par un donneur de  $H^{\bullet}$  (**Lien et al., 1999**).

### III.6.1.2. Mode opératoire

Le pourcentage d'inhibition du radical  $ABTS^{\bullet+}$  est évalué par la méthode de **Ramful et al., (2010)** et **Re et al., (1999)**.

La solution d' $ABTS^{\bullet+}$  préparée par le mélange de 7 mM d'ABTS et de 2,45mM de persulfate de potassium, puis incubée pendant 12-16h à l'abri de la lumière et à température ambiante avant l'utilisation. La solution d' $ABTS^{\bullet+}$  est diluée avec l'éthanol jusqu'à l'obtention d'une absorbance de 0,7 à 734 nm, 2 ml de la solution d' $ABTS^{\bullet+}$  est additionné à 100  $\mu$ l de l'extrait.

Après incubation pendant 7 min à l'obscurité et à température ambiante, On évalue la réaction de réduction de la solution d' $ABTS^{\bullet+}$  par mesure de l'absorbance à 734 nm. Le pouvoir antiradicalaire de l'extrait est exprimé en pourcentage d'inhibition du radical  $ABTS^{\bullet+}$ .

Le pourcentage de l'activité scavenger du radical ABTS<sup>•+</sup> de l'extrait est calculé par :

$$\text{Pourcentage d'Inhibition (\%)} = \left[ \frac{A_0 - A_1}{A_0} \right] \times 100$$

Avec :

**Pourcentage d'inhibition (%) :** Pourcentage d'inhibition de radical ABTS<sup>•+</sup> à 734 nm.

**A0 :** Absorbance du contrôle (contenant seulement l'ABTS<sup>•+</sup>).

**A1 :** Absorbance de l'extrait + ABTS<sup>•+</sup> à 734 nm.

### III.6.2. Test DPPH

#### III.6.2.1. Principe

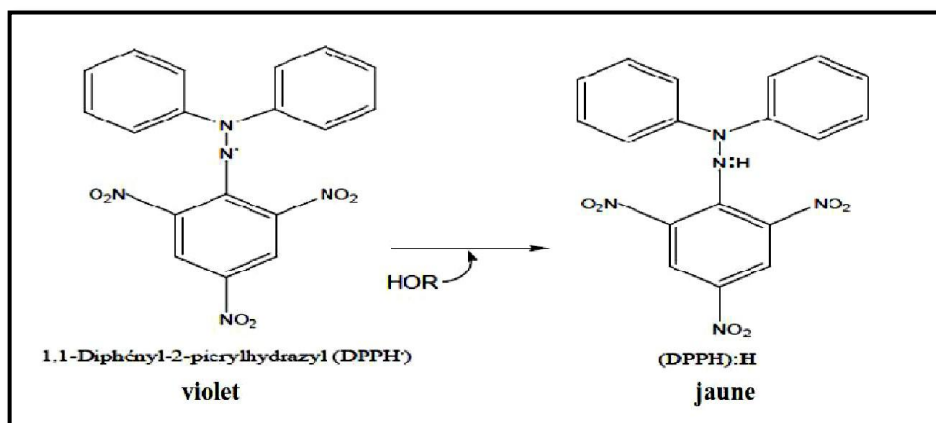
L'activité anti radicalaire est mesurée par la réduction du DPPH<sup>•</sup>, qui est un radical synthétique présentant une intense coloration violette (**figure 09**). La couche électronique de ce radical est saturée en contact d'antioxydante, ce qui explique la disparition de sa coloration (**Conforti et al., 2011; Menichini et al., 2011**).

Cette décoloration explique le pouvoir des extraits de l'orange à piéger ce radical selon la réaction suivante, qu'on peut détecter par spectrophotomètre-UV.



L'activité antioxydante des composés phénoliques est dépendante de la mobilité de l'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle. En présence d'un radical libre (R•), l'atome d'hydrogène (H) est transféré sur ce dernier pour se transformer en une molécule stable RH.

Le test au DPPH<sup>•</sup> est basé sur le piégeage du radical libre stable DPPH<sup>•</sup> par une molécule antiradicalaire, ce qui entraîne la réduction du radical DPPH<sup>•</sup> (**Brand-Williams et al., 1995**). Selon la réaction schématisée dans la **figure 09**.



**Figure 09.** Réaction du DPPH<sup>+</sup> avec un antioxydant (Parejo *et al.*, 2002).

### III.6.2.1. Mode opératoire

Pour déterminer le rôle antiradicalaire (scavenging activity) de nos échantillons par le test DPPH<sup>+</sup> nous avons utilisé la méthode de Dahmoune *et al.*, (2013) .

Un volume de 3 ml de la solution du DPPH<sup>+</sup> est ajouté à 1 ml d'extrait de l'orange. Parallèlement, un contrôle négatif a été préparé de DPPH<sup>+</sup>. La lecture de l'absorbance est faite à 517 nm, après 30 minutes d'incubation à l'obscurité et à température ambiante. Le pourcentage de l'activité antioxydant par le radical DPPH<sup>+</sup> est exprimé par la formule suivante

$$DPPH^{\cdot} + \text{Pourcentage d'inhibition (\%)} = ((A0 - A1)/A0) \times 100$$

Avec :

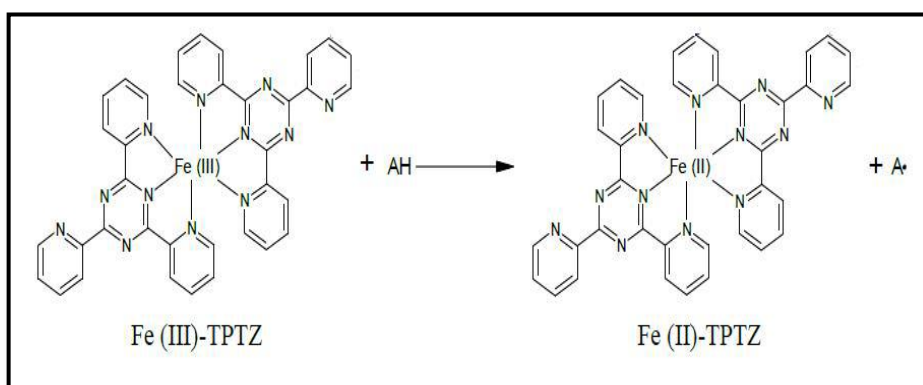
**A0** : absorbance du control à 517 nm.

**A1** : absorbance de l'échantillon à 517 nm.

### III.6.3. Le pouvoir réducteur

#### III.6.3.1. Principe

Le pouvoir réducteur des extraits a été déterminé en utilisant la méthode basée sur la réduction de ferricyanure de potassium (Oyaizu, 1986). La présence des agents réducteurs dans les extraits induit la réduction de l'ion ferrique (Fe<sup>+3</sup>) du ferricyanure de potassium à l'ion ferreux (Fe<sup>+2</sup>). ceux-ci se traduit par un changement de la couleur jaune du ferricyanure de potassium vers une couleur bleue verdâtre, dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de chaque composé phénolique (Ribéreau-Gayon, 1968). (Figure 12).



**Figure 10.** Réduction du fer ferrique en fer ferreux par un antioxydant (Amarowicz *et al.*, 2004).

### III.6.3.2. Mode opératoire

Le pouvoir réducteur du fer ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dans les extraits est déterminé selon la méthode décrite par Oyaizu, (1986) rapportée par Amarowicz *et al.*, (2004) .

Un millilitre de l'extrait a été mélangé avec 2,5 ml d'une solution tampon phosphate à 0,2 M (pH 6,6) et 2,5 ml d'une solution de ferricyanure de potassium  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  à 1%. Le mélange a été incubé à 50 °C au bain-Marie pendant 20 min. Un volume 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10% a été ajouté pour stopper la réaction.

Une centrifugation à 3000 rpm (diamètre de 14 cm) pendant 10 min a été réalisée. 2,5 ml de surnageant ont été mélangés à 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml d'une solution de chlorure de fer ( $\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$ ) à 0,1%. L'absorbance a été mesurée à 700 nm contre un blanc préparé dans les mêmes conditions, en remplaçant l'extrait par de l'eau distillée. Le contrôle positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard ; le butyl-hydroxyanisol (BHA).



## *Chapitre IV*

### *Résultats et discussion*

## IV. Résultats et discussion

### IV.1. Taux d'humidité de l'orange sanguine fraîche et séchée

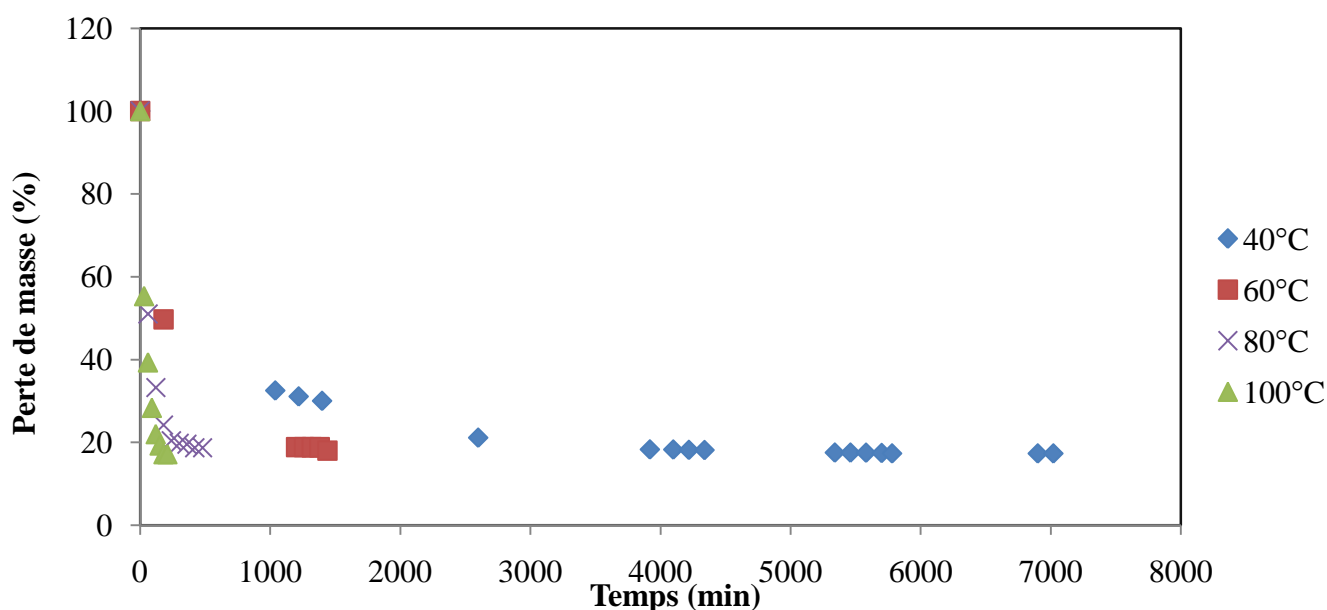
La teneur en eau de l'orange fraîche était de 83,34% BH.

D'après résultats obtenus, il ressort que les différents échantillons analysés sont constitués de presque la totalité de leur poids d'eau qui varie de 81,19 à 83,03 % (60°C, 100 °C), respectivement. Par conséquent, le pourcentage de matière sèche équivalent est de 18.80 et 16.96 % (60 °C, 100 °C), respectivement.

Ces résultats sont comparables à ceux obtenus dans les travaux antérieurs réalisés dans les mêmes conditions (les teneurs trouvés varient de 84.2 à 90.7).

### IV.2. Cinétique de séchage à l'étuve ventilée de l'orange sanguines Moro

La perte de masse en fonction du couple temps-température du séchage à l'étuve de l'orange Moro est représentée dans la **figure 11**.



**Figure 11.** Evolution de la perte de masse en fonction du couple temps-température du séchage à l'étuve.

D'après la **figure 11**, on constate que la perte de masse des tranches de l'orange sanguine Moro est proportionnelle au couple temps-température du séchage à l'étuve. En effet, à haute température (80 et 100 °C), la perte en eau est beaucoup plus rapide (480 et 210 min, respectivement). Alors qu'à 40 °C, la masse est devenue stable après 6 jours (1070 min), donc la vitesse de la perte en eau est très lente.

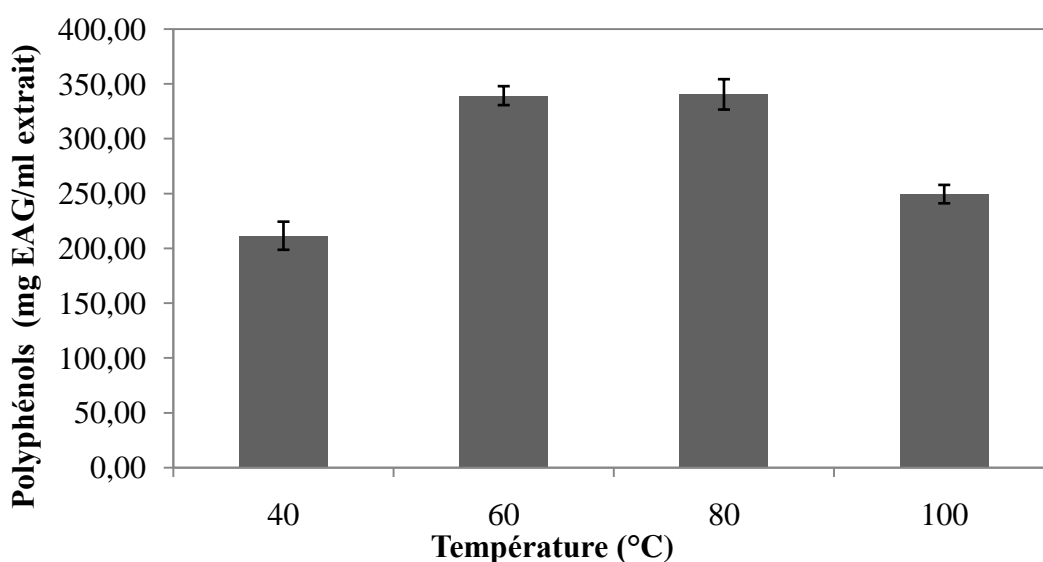
Les résultats obtenus montrent que le temps de séchage est inversement proportionnel à la température appliquée. La stabilité du poids peut être expliquée par le fait que la température de la surface atteint celle de l'air de séchage car la force de migration de l'eau libre de l'intérieur vers la surface est insuffisante. D'autre part, il est également possible qu'il n'y plus d'eau libre dans le produit (Chemat *et al.*, 2008).

Selon Lahmari *et al.*, (2012), la température a une influence sur l'évolution de la teneur en eau au cours du séchage. L'influence de la température sur la cinétique de séchage est importante, une augmentation de la température résulte en une diminution de la teneur en eau. La durée de séchage n'est pas la même pour les quatre températures, le temps de séchage est plus court avec l'augmentation des températures. Les températures à 40°C ne favorisent pas un déplacement suffisant de la vapeur d'eau à partir de l'aliment pour atteindre le taux d'humidité souhaité (Correia *et al.*, 2015).

### IV.3. Résultats de l'étude des poudres séchées

#### IV.3.1. La teneur en composés phénoliques des extraits de poudres d'orange sanguines séchées à l'étuve à différentes températures

Les résultats obtenus pour les concentrations des polyphénols totaux des extraits de l'orange sanguine séchée à l'étuve à différentes températures sont présentés sur la **figure 12**.



**Figure 12.** Teneur en polyphénols totaux des extraits éthanoliques d'orange sanguines Moro séchées à l'étuve à différentes températures.

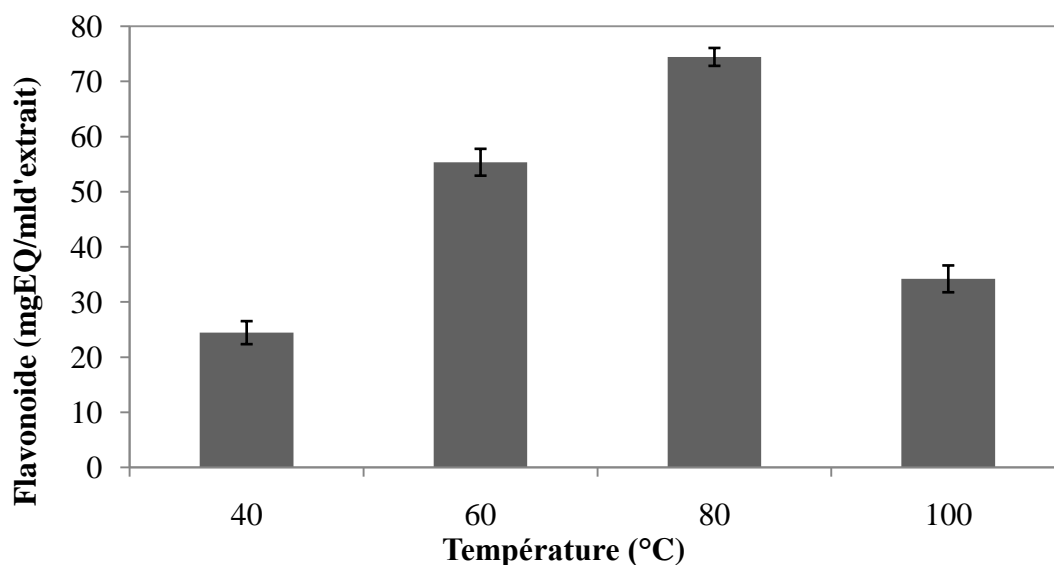
La **figure 12** montre que la teneur en polyphénols totaux varie de  $211,44 \pm 12,82$  à  $340,40 \pm 13,87$  mg Eq AG/ml d'extrait pour toutes les températures testées entre 40 et 100 °C. En effet, la teneur la plus élevée est attribuée à 60 et 80 °C ( $340,40 \pm 13,87$  mg Eq AG /ml d'extrait), par contre une faible teneur en polyphénols totaux de  $211,44 \pm 12,82$  mg Eq AG/ml d'extrait est obtenue à 40 °C. Les faibles teneurs en composés phénoliques à 40 °C peuvent être expliquées par les temps prolongé du séchage.

Les concentrations en composés phénoliques totaux dans l'orange sanguine Moro sont moins importantes par rapport aux autres études réalisées sur l'écorce de la même variété (**Lagha-Benamrouche et al., 2013**). Cette différence peut être expliquée par la dégradation des polyphénols totaux par les procédés de séchages (**Georgé et al., 2005**).

Plusieurs facteurs peuvent influencer les taux des composés phénoliques tels que la présence de certains groupements chimiques (l'acide ascorbique, les acides organiques, les sucres, les amines aromatiques), qui peuvent également réagir avec le réactif du Follin-Ciocalteu (**Ghafar et al., 2010**), la période de la récolte et le type de l'espèce (**Makkar et al., 1988**) ainsi le mode de conservation des substrats d'extraction (**Sharma et al., 2001**).

#### IV.3.2. La contenance en flavonoïdes des extraits de poudres d'orange sanguine séchée à l'étuve à différentes températures

La **figure 13** montre la variation de la contenance en flavonoïdes obtenues pour les différents extraits de poudres d'orange séchée à l'étuve à différentes températures.



**Figure 13.** Teneurs en flavonoïdes des extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve à différentes températures.

La teneur en flavonoïdes la plus élevée ( $74,426 \pm 1.622$  mg EQ /ml d'extrait) est obtenue à la température de séchage de  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ , suivi par la température de  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $55,327 \pm 2.434$  mg EQ/ml d'extrait). Par contre, la faible teneur est attribuée à la température de séchage de  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $24.086 \pm 0.027$ mg EQ /ml d'extrait). Les résultats de la présente étude sont inférieurs à ceux rapportés par **Moulehi *et al.*, (2012)** concernant les variétés de l'orange.

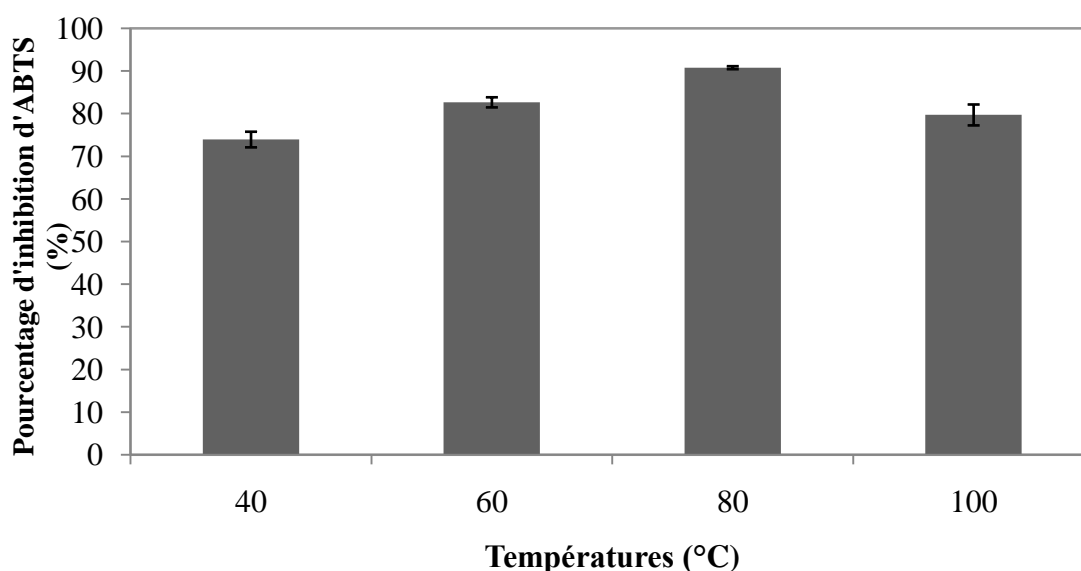
Les concentrations en composés flavonoïde totaux dans l'orange Moro sont moins importantes par rapport aux autres études réalisées sur l'écorce de la même variété (**Lagha-Benamrouche *et al.*, 2013**). Cette différence peut être expliquée par la dégradation des flavonoïdes par les procédés de séchages (**Georgé *et al.*, 2005**).

#### IV.4. L'activité antioxydante des extraits de poudres séchées

L'activité antioxydante des extraits de l'orange a été déterminée par trois méthodes, (le radical cationique  $\text{ABTS}^{\cdot+}$ , Le radical stable DPPH $^{\cdot}$ , et le pouvoir réducteur)

##### IV.4.1. Activité antioxydant des extraits de l'orange sanguine séchées à l'étuve à différentes températures par le test $\text{ABTS}^{\cdot+}$

Les résultats obtenus pour le pourcentage d'inhibition du radical stable  $\text{ABTS}^{\cdot+}$  pour les extraits d'orange séchée à l'étuve sont illustrés dans la **figure 14**.



**Figure 14.** Le pourcentage d'inhibition du radical  $\text{ABTS}^{\cdot+}$  des différents extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve.

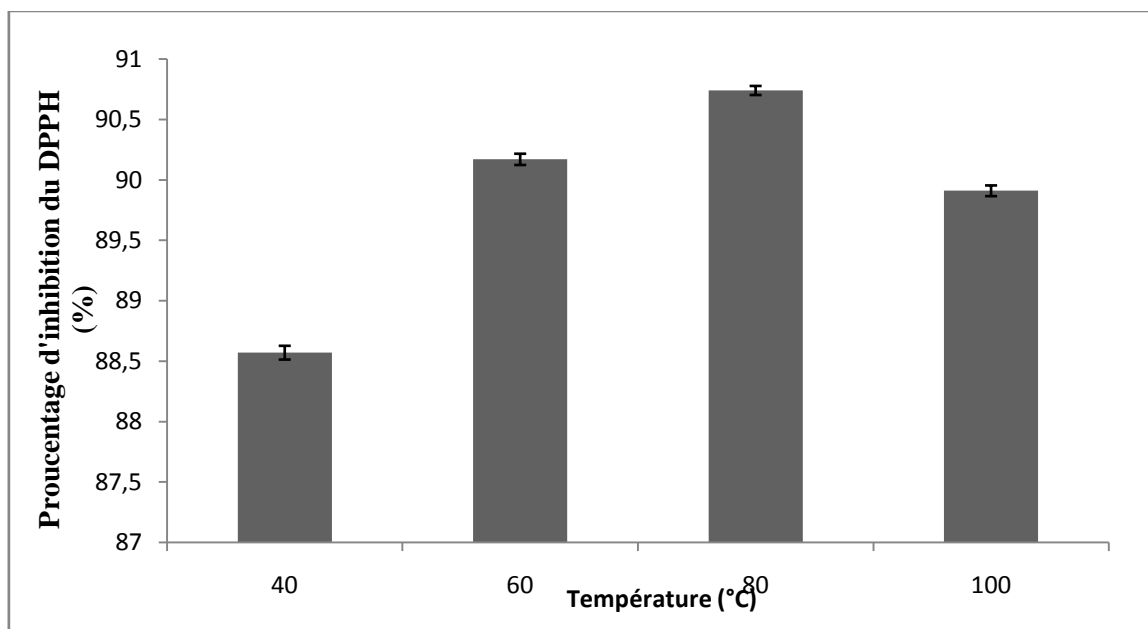
Selon les résultats obtenus (**Figure 14**), on constate que les différents extraits d'orange sanguines, possèdent la capacité de réduire le radical  $\text{ABTS}^{\cdot+}$ . Les teneurs d'inhibition varient

de  $73.93 \pm 1.83\%$  à  $90.78 \pm 0.35\%$ . En effet, l'échantillon obtenu à  $80\text{ °C}$  présente le meilleur pouvoir antioxydant avec  $90.78 \pm 0.35\%$ , suivi de l'échantillon séché à  $60\text{ °C}$  avec  $82.65 \pm 1.184\%$ . Par contre, l'échantillon obtenu à  $40\text{ °C}$  présente le plus faible pouvoir antiradicalaire avec une valeur de  $73.93 \pm 1.83\%$ . Cette différence observée peut être liée à la différence en potentiel phénolique.

Même si les polyphénols sont les composés majoritairement responsables de l'activité antioxydante, il est important de signaler que l'activité antioxydante réalisée peut être attribuée ou influencée par des composés non phénoliques tels que les lipides, les sucres et la chlorophylle. L'étude menée par **Heim *et al.*, (2002)** montre que les groupements hydroxyles des composés phénoliques et flavonoïdes jouent un rôle très important dans le pouvoir antioxydant, alors que les travaux de **Naczki *et al.*, (2004)** montrent que les flavonoïdes aglycones sont plus actifs que les formes glycosylées. Par contre **Zheng *et al.*, (2001)** ont rapporté que l'activité antioxydante des composés phénoliques est essentiellement due au nombre de groupements hydroxyles et leurs positions sur le cycle aromatique.

#### IV.4.2. Activité antioxydante des extraits de l'orange sanguine séchée à l'étuve à différentes températures au radical DPPH<sup>+</sup>

Les résultats obtenus pour le pourcentage d'inhibition du radical stable DPPH<sup>+</sup> sont illustrés dans la **figure 15**.



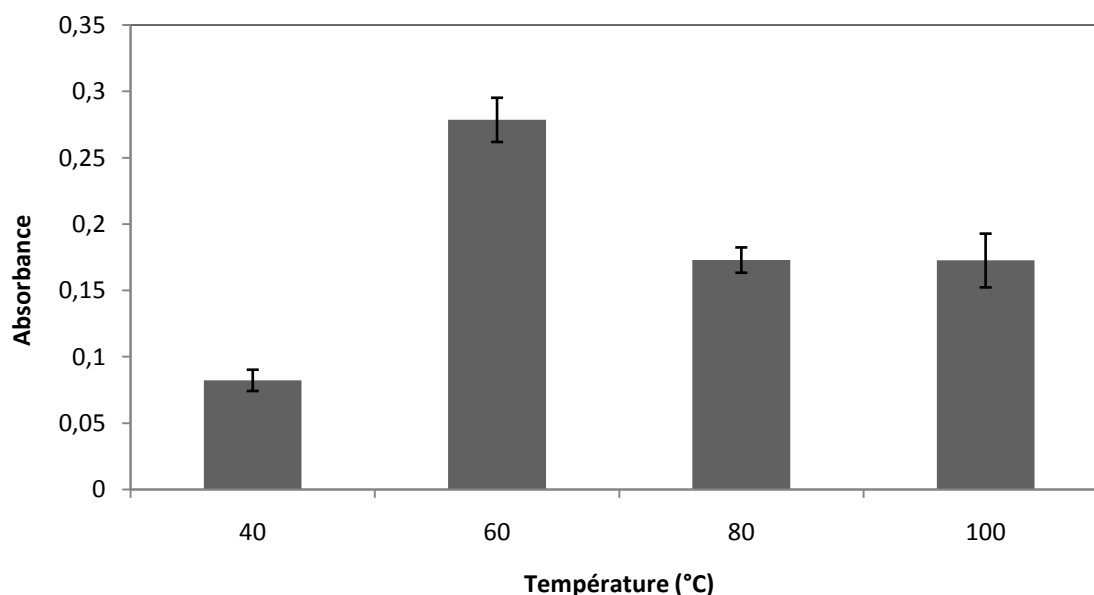
**Figure 15.** Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH<sup>+</sup> des différents extraits d'orange sanguine séchés à l'étuve à différentes températures .

Selon les résultats obtenus (**Figure 15**), le pouvoir anti radicalaire varie de  $88.57 \pm 5.7\%$  à  $90.74 \pm 3.75\%$ . En effet, l'échantillon séché à  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  présente le pourcentage d'inhibition le plus important avec une valeur de  $90.74 \pm 3.75\%$ , suivi de  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  avec une valeur de  $90.17 \pm 4.65\%$ . Par contre l'échantillon séché à  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  présente la plus faible capacité antioxydante avec une valeur de  $88.57 \pm 5.7\%$ . Cette différence observée peut être liée à la différence en potentiel phénolique. Ces résultats sont en adéquation avec ceux obtenus pour les paramètres polyphénols et flavonoïdes totaux.

La différence en matière du pouvoir réducteur du radical  $\text{DPPH}^+$  par les extraits de différentes espèces de Citrus est due probablement à la variabilité de composition de ces espèces en métabolites antioxydants principalement les composés phénoliques, l'acide ascorbique, tocophérol, flavonoïdes et les tanins (**De Pooter et al., 1986**). Les polyphénols et les flavonoïdes sont de bons donateurs d'électrons et/ou d'hydrogène, et leur pouvoir antioxydant varie d'un composé à un autre (**Bourgou et al., 2008; Naczki et al., 2004**).

#### **IV.4.3. Le pouvoir réducteur des extraits de l'orange sanguine séchée à l'étuve à différentes températures**

Les résultats obtenus pour le pouvoir réducteur des oranges sanguines séchées à l'étuve sont représentés sur la **figure 16**.



**Figure 16.** Le pouvoir réducteur des différents extraits de l'orange sanguine séchée à l'étuve à différentes températures.

Les extraits d'orange étudiée présentent un pouvoir réducteur qui varie de  $0,082 \pm 0,008$  à  $0,276 \pm 0,016$ . Le meilleur pouvoir réducteur est obtenu avec l'extrait de l'orange séchée à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $0,276 \pm 0,016$ ), suivi de la température  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $0,173 \pm 0,009$ ). Cela peut être expliqué par la présence de composés donneurs d'électrons qui entraînent la réduction de  $\text{Fe}^{3+}$  en  $\text{Fe}^{2+}$ . Par contre, l'extrait d'orange séchée à  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  a donné le plus faible pouvoir réducteur avec une valeur de  $0,082 \pm 0,004$ .

Les résultats rapportés par **Lagha-Benamrouche *et al.*, (2013)** concernant les absorbances du pouvoir réducteur des extraits d'orange fraîche (Portugaise), varient de 0,07 à 0,25. Ces résultats sont supérieurs à ceux obtenus dans la présente étude ( $0,064 \pm 0,004$  à  $0,181 \pm 0,01$ ), ces différences peuvent être dues au séchage, comme elles peuvent être dues à la teneur et structure des composés phénoliques.





# *Conclusion*

## Conclusion

Le présent travail s'intéresse à l'étude du procédé de séchage conventionnel et l'influence de ce procédé sur la teneur en composés phénoliques de l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck.

Au terme de ce travail, une cinétique de séchage a été suivie, avec la méthode de l'étuve ventilée à différentes températures (40, 60, 80 et 100°C) pour l'évaluation de l'impact de cette méthode sur la qualité de la poudre d'orange obtenue, les dosages des polyphénols totaux, des flavonoïdes totaux, de l'activité antiradicalaire à l'ABTS et au DPPH, et le pouvoir réducteur, en utilisant deux variables (temps, température).

Pour le dosage des polyphénols et flavonoïdes totaux, la teneur maximale est attribuée au séchage à l'étuve à 80 °C avec une valeur de 340,40 mg Eq AG/ml d'extrait et de 74,426 mg Eq Q/ml d'extrait, respectivement.

Les précédents résultats des dosages des polyphénols et des flavonoïdes totaux ont été confirmés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante par la méthode du DPPH, en effet le temps nécessaire pour sécher l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck à l'étuve ventilée à 40 °C est presque 15 fois plus supérieur qu'à la température de 80 °C avec un facteur de 14,62. Ce qui nous mène à conclure que la température optimale pour sécher l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck à l'étuve ventilée est de 80 °C.

Cette étude nous a permis de mieux comprendre l'influence du séchage de l'orange sanguine (par étuvage) sur la composition phyto-chimiques des poudres obtenues.

Tout fois il serait souhaitable de compléter ce travail avec :

- ✓ L'utilisation de techniques d'analyses plus performantes telles que HPLC, etc. pour l'identification de la composition des extraits.
- ✓ L'évaluation de l'activité antimicrobienne des différents extraits étudiés.

# Références bibliographiques

**Références bibliographiques**

**\_A\_**

- Abouo, V. N., Sadat, A., Akmel, C. D., Assidjo, E. N., & Amani, G. N. (2016).** Impact of Solar and Microwave Oven Drying on A Few Chemical Parameters of Market Value Quality of Fermented Forastero (*Theobroma Cacao L.*). *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*, 12(4), 402-406.
- Agustí, M., Zaragoza, S., Bleiholder, H., Buhr, L., Hack, H., Klose, R., & Staub, R. (1997).** Adaptation de l'échelle BBCH à la description des stades phénologiques des agrumes du genre *Citrus*. *Fruits*, 52(5), 287-295.
- Alibas, I. (2007).** Microwave, air and combined microwave–air-drying parameters of pumpkin slices. *LWT-Food Science and Technology*, 40(8), 1445-1451.
- Amarowicz, R., Pegg, R., Rahimi-Moghaddam, P., Barl, B., & Weil, J. (2004).** Free-radical scavenging capacity and antioxidant activity of selected plant species from the Canadian prairies. *Food chemistry*, 84(4), 551-562.
- Arvouet-Grand, A., Vennat, B., Pourrat, A., & Legret, P. (1994a).** Standardization of a propolis extract and identification of the main constituents. *Journal de pharmacie de Belgique*, 49(6), 462-468.
- Arvouet-Grand, A., Vennat, B., Pourrat, A., & Legret, P. (1994b).** Standardization of propolis extract and identification of principal constituents. *Journal de pharmacie de Belgique*, 49(6), 462-468.

**\_B\_**

- Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006).** Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food chemistry*, 99(1), 191-203.
- Bchir, B., Besbes, S., Giet, J.-M., Attia, H., & Blecker, C. (2011).** Synthèse des connaissances sur la déshydratation osmotique/Synthesis of knowledge about osmotic dehydration. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 15(1), 129.
- Bejar, A. K., Ghanem, N., Mihoubi, D., Kechaou, N., & Mihoubi, N. B. (2011).** Effect of infrared drying on drying kinetics, color, total phenols and water and oil holding capacities of orange (*Citrus sinensis*) peel and leaves. *International journal of food engineering*, 7(5).

- Berhow, M. (1998).** Survey of phenolic compounds produced in Citrus. *United States Department of Agriculture, Agricultural Research Service Technical Bulletin*, 1856, 16-18..
- Bonazzi, C., & Dumoulin, E. (2011).** Quality changes in food materials as influenced by drying processes. *Modern drying technology, volume 3: Product quality and formulation*, 1-20.
- Bourgou, S., Ksouri, R., Bellila, A., Skandrani, I., Falleh, H., & Marzouk, B. (2008).** Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella sativa* L. shoots and roots. *Comptes Rendus Biologies*, 331(1), 48-55.
- Boussalia, A. (2010).** Contribution à l'étude de séchage solaire de produits agricoles locaux.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.-E., & Berset, C. (1995).** Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology*, 28(1), 25-30.

**\_C\_**

- Chalal, N., & Bennamoun, L. (2008).** Étude d'un séchoir solaire fonctionnant en mode direct et indirect. *Revue des Energies Renouvelables*.
- Chang, H.-C., Huang, G.-J., Agrawal, D. C., Kuo, C.-L., Wu, C.-R., & Tsay, H.-S. (2007).** Antioxidant activities and polyphenol contents of six folk medicinal ferns used as "Gusuibu". *Botanical Studies*, 48(4), 397-406.
- Chebil, L. (2006).** *Acylation des flavonoides par les lipases de Candida antarctica et Pseudomonas cepacia: études cinétique, structurale et conformationnelle*. Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- Chemat, F., Tomao, V., & Viot, M. (2008).** Ultrasound-assisted extraction in food analysis. *Handbook of food analysis instruments*, 85-103.
- Cheng, W. M., Raghavan, G., Ngadi, M., & Wang, N. (2006).** Microwave power control strategies on the drying process I. Development and evaluation of new microwave drying system. *Journal of Food Engineering*, 76(2), 188-194.
- Cheyrier, V., Dueñas-Paton, M., Salas, E., Maury, C., Souquet, J.-M., Sarni-Manchado, P., & Fulcrand, H. (2006).** Structure and properties of wine pigments and tannins. *American Journal of Enology and Viticulture*, 57(3), 298-305.

- Choi, M., Kim, G., & Lee, H. (2002).** Effects of ascorbic acid retention on juice color and pigment stability in blood orange (*Citrus sinensis*) juice during refrigerated storage. *Food Research International*, 35(8), 753-759.
- Conforti, F., Marrelli, M., Carmela, C., Menichini, F., Valentina, P., Uzunov, D., . . . Menichini, F. (2011).** Bioactive phytonutrients (omega fatty acids, tocopherols, polyphenols), in vitro inhibition of nitric oxide production and free radical scavenging activity of non-cultivated Mediterranean vegetables. *Food chemistry*, 129(4), 1413-1419.
- Correia, A., Loro, A., Zanatta, S., Spoto, M., & Vieira, T. (2015).** Effect of temperature, time, and material thickness on the dehydration process of tomato. *International journal of food science*, 2015.
- Cronquist, A. (1981).** *An integrated system of classification of flowering plants*: Columbia University Press.

**\_D\_**

- Dahmoune, F., Boulekbache, L., Moussi, K., Aoun, O., Spigno, G., & Madani, K. (2013).** Valorization of residues for the recovery of antioxidants: Evaluation and optimization of microwave and ultrasound application to solvent extraction. *Industrial Crops and Products*, 50, 77-87. doi: 10.1016/j.indcrop.2013.07.013 .
- De Pooter, H., & Schamp, N. (1986).** Comparaison of the volatils composition of some Calamintha satureja species. *Progress in essential oil research*. Ed. EJ. Brunk, Walter De Gruyter, Berlin, 139-150.
- Dehghannya, J., Hosseinlar, S.-H., & Heshmati, M. K. (2018).** Multi-stage continuous and intermittent microwave drying of quince fruit coupled with osmotic dehydration and low temperature hot air drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 45, 132-151.
- Del Caro, A., Piga, A., Vacca, V., & Agabbio, M. (2004).** Changes of flavonoids, vitamin C and antioxidant capacity in minimally processed citrus segments and juices during storage. *Food chemistry*, 84(1), 99-105.
- Djerroud, D. (2010).** *Modélisation markovienne du séchage continu par contact avec agitation*. Institut National Polytechnique de Toulouse.

**Dominguez Lopez, A. (2002).** Caractérisation et optimisation de la flaveur de jus d'orange non fait de concentré.

**Duan, L., Guo, L., Liu, K., 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. *Journal of Chromatography A*, 1339, 118-127.

**\_E\_**

**Erdman, J. J. W., Balentine, D., Arab, L., Beecher, G., Dwyer, J. T., Folts, J., . . . Burrowes, J. (2007).** Flavonoids and Heart Health: Proceedings of the ILSI North America Flavonoids Workshop, May 31–June 1, 2005, Washington, DC. *The Journal of Nutrition*, 137(3), 718S-737S. doi: 10.1093/jn/137.3.718S

**Erlund, I., Meririnne, E., Alfthan, G., & Aro, A. (2001).** Plasma kinetics and urinary excretion of the flavanones naringenin and hesperetin in humans after ingestion of orange juice and grapefruit juice. *The Journal of Nutrition*, 131(2), 235-241.

**\_F\_**

**Feng, H., Yin, Y., & Tang, J. (2012).** Microwave drying of food and agricultural materials: basics and heat and mass transfer modeling. *Food Engineering Reviews*, 4(2), 89-106.

**\_G\_**

**Georgé, S., Brat, P., Alter, P., & Amiot, M. J. (2005).** Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 53(5), 1370-1373.

**Ghafar, M., Prasad, K. N., Weng, K. K., & Ismail, A. (2010).** Flavonoid, hesperidine, total phenolic contents and antioxidant activities from *Citrus* species. *African Journal of Biotechnology*, 9(3).

**Gorinstein, S., Martín-Belloso, O., Park, Y.-S., Haruenkit, R., Lojek, A., Číž, M., . . . Trakhtenberg, S. (2001).** Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. *Food chemistry*, 74(3), 309-315.

**Griguelmo-Miguel, N., & Martín-Belloso, O. (1999).** Comparison of dietary fibre from by-products of processing fruits and greens and from cereals. *LWT-Food Science and Technology*, 32(8), 503-508.



H

- Haque, K. E. (1999).** Microwave energy for mineral treatment processes—a brief review. *International Journal of Mineral Processing*, 57(1), 1-24.
- Heim, K. E., Tagliaferro, A. R., & Bobilya, D. J. (2002).** Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships. *The Journal of nutritional biochemistry*, 13(10), 572-584.
- Hercberg, S., Galan, P., Preziosi, P., Bertrais, S., Mennen, L., Malvy, D., . . . Briançon, S. (2004).** The SU. VI. MAX Study: a randomized, placebo-controlled trial of the health effects of antioxidant vitamins and minerals. *Archives of internal medicine*, 164(21), 2335-2342.
- Hollman, P., Cassidy, A., Comte, B., Hatzold, T., Heinonen, M., Richling, E., . . . Vidry, S. (2010).** Antioxidant activity of polyphenols and cardiovascular health: application of the *PASSCLAIM* criteria. *J Nutr*.

I

- Ignat, I., Volf, I., & Popa, V. I. (2011).** A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables. *Food chemistry*, 126(4), 1821-1835.

K

- Kaya, A., Aydın, O., & Dincer, I. (2008).** Experimental and numerical investigation of heat and mass transfer during drying of Hayward kiwi fruits (*Actinidia Deliciosa Planch*). *Journal of Food Engineering*, 88(3), 323-330.
- Khan, M. K., Abert-Vian, M., Fabiano-Tixier, A.-S., Dangles, O., & Chemat, F. (2010).** Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis L.*) peel. *Food chemistry*, 119(2), 851-858.
- Khatabi, B., Wen, R.-H., Hershman, D., Kennedy, B., Newman, M., & Hajimorad, M. (2012).** Generation of polyclonal antibodies and serological analyses of nucleocapsid protein of Soybean vein necrosis-associated virus: A distinct soybean infecting tospovirus serotype. *European journal of plant pathology*, 133(4), 783-790.
- Khennouf, S., Amira, S., Arrar, L., & Baghiani, A. (2010).** Effect of some phenolic compounds and quercus tannins on lipid peroxidation. *World Appl Sci J*, 8(9), 1144-1149.

- Kimball, D. (1999).** Citrus processing . Gaithersburg: Aspen Publishers, Inc. CrossRef Google Scholar.
- Kimball, D. A. (2012).** *Citrus processing: a complete guide*: Springer Science & Business Media.
- Klimczak, I., Malecka, M., Szlachta, M., & Gliszczyńska-Świgło, A. (2007).** Effect of storage on the content of polyphenols, vitamin C and the antioxidant activity of orange juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, 20(3-4), 313-322.
- Koné, K. Y., Druon, C., Gnimpieba, E. Z., Delmotte, M., Duquenoy, A., & Laguerre, J.-C. (2013).** Power density control in microwave assisted air drying to improve quality of food. *Journal of Food Engineering*, 119(4), 750-757.

L

- Ladoh, Y., Dibong, S., Nyegue, M., Djembissi, T., Lenta, N., Mpondo, M., . . . Wansi, J. (2014).** Activité antioxydante des extraits méthanoliques de *Phragmanthera capitata* (Loranthaceae) récoltée sur *Citrus sinensis*. *Journal of Applied Biosciences*, 84(1), 7636-7643.
- Lagha-Benamrouche, S., & Madani, K. (2013).** Phenolic contents and antioxidant activity of orange varieties (*Citrus sinensis* L. and *Citrus aurantium* L.) cultivated in Algeria: Peels and leaves. *Industrial Crops and Products*, 50, 723-730. doi: 10.1016/j.indcrop.2013.07.048
- Lagha-Benamrouche, S., Addar, L., Boudershem, H., Tani, S., & Madani, K. (2017).** Caractérisation chimiques des écorces d'oranges, identification par GC-MS et évaluation du pouvoir antioxydant de leurs huiles essentielles. *Nature & Technology*(18), 28-35.
- Lahmari, N., Fahloul, D., & Azani, I. (2012).** Influence des méthodes de séchage sur la qualité des tomates séchées (variété Zahra). *Revue des Energies Renouvelables*, 15(2), 285-295.
- Lee, H., Carter, R., Barros, S., Dezman, D., & Castle, W. (1990).** Chemical characterization by liquid chromatography of Moro blood orange juices. *Journal of food composition and analysis*, 3(1), 9-19.
- Lien, E., Sellati, T. J., Yoshimura, A., Flo, T. H., Rawadi, G., Finberg, R. W., . . . Radolf, J. D. (1999).** Toll-like receptor 2 functions as a pattern recognition

receptor for diverse bacterial products. *Journal of Biological Chemistry*, 274(47), 33419-33425.

**\_M\_**

- Macheix, J., Fleuriet, A., & Sarni-Manchado, P. (2006).** Composés phénoliques dans la plante-Structure, biosynthèse, répartition et rôles. Les polyphénols en agroalimentaire. *Ed Tec & Doc Lavoisier*, 1-25.
- Makkar, H. P., Singh, B., & Dawra, R. (1988).** Effect of tannin-rich leaves of oak (*Quercus incana*) on various microbial enzyme activities of the bovine rumen. *British Journal of Nutrition*, 60(2), 287-296.
- Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2004).** Polyphenols: food sources and bioavailability. *The American journal of clinical nutrition*, 79(5), 727-747.
- Marín, F. R., Soler-Rivas, C., Benavente-García, O., Castillo, J., & Pérez-Alvarez, J. A. (2007).** By-products from different citrus processes as a source of customized functional fibres. *Food chemistry*, 100(2), 736-741.
- Maskan, M. (2001).** Kinetics of colour change of kiwifruits during hot air and microwave drying. *Journal of Food Engineering*, 48(2), 169-175.
- Menichini, F., Loizzo, M. R., Bonesi, M., Conforti, F., De Luca, D., Statti, G. A., . . . Tundis, R. (2011).** Phytochemical profile, antioxidant, anti-inflammatory and hypoglycemic potential of hydroalcoholic extracts from *Citrus medica L.* cv Diamante flowers, leaves and fruits at two maturity stages. *Food and Chemical Toxicology*, 49(7), 1549-1555.
- Mikula, S. (1992).** Mise au point d'un pilote micro-ondes multifonction en vue d'un séchage d'algues alimentaires.
- Moulehi, I., Bourgou, S., Ourghemmi, I., & Tounsi, M. S. (2012).** Variety and ripening impact on phenolic composition and antioxidant activity of mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) and bitter orange (*Citrus aurantium L.*) seeds extracts. *Industrial Crops and Products*, 39, 74-80. doi: 10.1016/j.indcrop.2012.02.013.

**\_N\_**

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

**Nobel, P. S., & Lee, C. H. (1991).** Variations in Root Water Potentials: Influence of Environmental Factors for Two Succulent Species. *Annals of Botany*, 67(6), 549-554. doi: 10.1093/oxfordjournals.aob.a088197

**\_O\_**

**Ortiz, J. (2002).** Botany: taxonomy, morphology and physiology of fruits, leaves and flowers. In "Citrus-The genus citrus," ed. by G Dugo, and A Di Giacomo: Taylor and Francis, London.

**Oyaizu, M. (1986).** Studies on products of browning reaction. *The Japanese Journal of Nutrition and Dietetics*, 44(6), 307-315.

**Ozkan, I. A., Akbudak, B., & Akbudak, N. (2007).** Microwave drying characteristics of spinach. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 577-583.

**\_P\_**

**Parejo, I., Viladomat, F., Bastida, J., Rosas-Romero, A., Flerlage, N., Burillo, J., & Codina, C. (2002).** Comparison between the radical scavenging activity and antioxidant activity of six distilled and nondistilled Mediterranean herbs and aromatic plants. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 50(23), 6882-6890.

**Penchev, P. I. (2010).** *Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions.* INPT.

**Prouillac, C. (2006).** *Synthèse et évaluation de nouveaux composés organiques et phosphorés contre les effets des rayonnements ionisants. Etude de leur mécanisme d'action in vitro.* Université Paul Sabatier-Toulouse III.

**\_R\_**

**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.

**Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999).** Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free radical biology and medicine*, 26(9-10), 1231-1237.

- Remini, H., Mertz, C., Belbahi, A., Achir, N., Dornier, M., & Madani, K. (2015).** Degradation kinetic modelling of ascorbic acid and colour intensity in pasteurised blood orange juice during storage. *Food chemistry*, 173, 665-673.
- Ribéreau-Gayon, G. (1968).** Etude des mecanismes de synthese et de transformation de l'acide malique, de l'acide tartrique et de l'acide citrique chez *vitis vinifera* L. *Phytochemistry*, 7(9), 1471-1482.
- Richter, G. (1993).** Métabolisme des végétaux: physiologie et biochimie.

**\_S\_**

- Salunkhe, D. K., & Kadam, S. (1995).** *Handbook of fruit science and technology: production, composition, storage, and processing*: CRC press.
- Saunt, J. (1990).** *Citrus varieties of the world. An illustrated guide*: Sinclair International Ltd.
- Sharma, R., Goswami, A., Singh, C., Chhonkar, O., & Singh, G. (2001).** Catecholase and cresolase activities and phenolic content in mango (*Mangifera indica* L.) at panicle initiation. *Scientia horticulturae*, 87(1-2), 147-151.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965).** Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

**\_T\_**

- Titta, L., Trinei, M., Stendardo, M., Berniakovich, I., Petroni, K., Tonelli, C., . . . Pelicci, P. (2010).** Blood orange juice inhibits fat accumulation in mice. *International Journal of Obesity*, 34(3), 578.
- Tripoli, E., La Guardia, M., Giammanco, S., Di Majo, D., & Giammanco, M. (2007).** Citrus flavonoids: Molecular structure, biological activity and nutritional properties: A review. *Food chemistry*, 104(2), 466-479.

**\_V\_**

- Vaher, M., & Koel, M. (2003).** Separation of polyphenolic compounds extracted from plant matrices using capillary electrophoresis. *Journal of Chromatography A*, 990(1-2), 225-230.
- VASSEUR, J. (2009).** Séchage: principes et calcul d'appareils-Séchage convectif par air chaud (partie 1).

**\_W\_**

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

**Wolff, E., & Gibert, H. (1988).** Développements technologiques nouveaux en lyophilisation. *Journal of Food Engineering*, 8(2), 91-108.

**\_Z\_**

**Zheng, W., & Wang, S. Y. (2001).** Antioxidant activity and phenolic compounds in selected herbs. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 49(11), 5165-5170.

## Résumé

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. Dans la présente étude, une cinétique de séchage de l'orange *Citrus sinensis* (L.) Osbeck a été suivie avec une méthode du séchage conventionnel à l'étuve ventilée à différentes températures (40, 60, 80 et 100°C). L'évaluation de l'effet de cette méthode sur l'activité anti oxydante de la poudre obtenue a été réalisée, par l'approche, en utilisant deux variables (temps, température). Les résultats des dosages des polyphénols et des flavonoïdes totaux ont été confirmés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante par la méthode du DPPH et ABTS, en effet le temps nécessaire pour sécher l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck à l'étuve ventilée à 40 °C et presque 15 fois plus supérieur qu'à la température de 80 °C avec un facteur de 14,62. Ce qui nous mène à conclure que la température optimale pour sécher l'orange sanguine (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck à l'étuve ventilée est de 80 °C.

**Mots clés :** orange *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, cinétique de séchage, activité antioxydants, étuve ventilé.

## Abstract

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 possess numerous biological activities such as Antioxidant, antiinflammatory, antibacterial, ...; which protects the human body by effects' inhibition of divers free radicals. The antioxidant activity of ethanol extracts and silt pulps of *Citrus sinensis* (L.) Osbeck. was carried out. In this present study, kinetics of orange drying *Citrus sinensis* (L.) Osbeck has been, was followed with the method of the ventilated drying oven at differents temperatures (40, 60, 80 and 100°C). The evaluation of the effect of this method on the antioxidant activity of the powder obtained was carried out, by the approach experimental design, by using two variables (time, temperature). The results of proportionings of polyphenols and the total flavonoids were confirmed during the evaluation of the antioxidant activity by the DPPH and ABTS method , indeed time necessary to dry blood orange (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck with the ventilated drying oven with 40 °C and almost 15 times higher than the temperature of 80 °C with factor of 14,62, then it is the result that the optimal temperature to dry the blood orange (*Citrus sinensis*) (L.) Osbeck with the ventilated oven is that of 80 °C.

**Key words:** orange *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, kinetics of drying, the antioxidant activity, ventilated oven.

## ملخص:

الحمضيات كغيرها من الفواكه والخضر، بحيث تعد مصدرا هاما للمركبات البيونشيطية (مركبات الفينولية، الفلافونويد، حمض الأسكوربيك،... الخ). هذه المركبات لها آثار مفيدة على صحة الانسان لاحتوائها على العديد من الانشطة البيولوجية مثل: نشاط مضاد الاكسدة، مضاد الالتهابات، مضاد الجراثيم... الخ. هذا يحمي ويثبط الآثار الجانبية للأيونات الحرة على جسم الانسان. في هذه الدراسة قمنا بمتابعة زمنية لعملية تجفيف البرتقال بالطريقة التقليدية في الفرن الموهى بدرجات حرارة مختل (40°، 60°، 80°، 100°) وأجرينا تقييم تأثير درجة الحرارة على نشاط مضادات الاكسدة للمسحوق الناتج باستخدام متغيرين (الوقت ودرجة الحرارة)، ثم تم تأكيد نتائج تركيز البوليفينول والفلافونويد أثناء تقييم نشاط الاكسدة من خلال طريقة DPPH و ABTS. في الواقع الوقت اللازم لتجفيف البرتقال الأحمر *Citrus sinensis* (L.) Osbeck في الفرن الموهى عند 40 ° يستغرق وقت أطول ب 15 مرة من 80 ° وفي الأخير نستنتج أن درجة الحرارة المثلى للتجفيف التقليدي في الفرن الموهى للبرتقال هي 80 درجة مئوية.

**الكلمات المفتاحية:** لبرتقال الأحمر *Citrus sinensis* (L.) Osbeck، متابعة زمنية للتجفيف، نشاط مضاد الاكسدة، الفرن الموهى.