

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة 8 ماي 1945 - قالمة

Université 8 Mai 1945 – Guelma

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers



**Mémoire En vue de l'obtention du diplôme de: Master**

**Domaine :** Sciences de la Nature et de la Vie

**Filière :** Sciences agronomiques

**Spécialité/Option :** Phytopharmacie et protection des végétaux

**Département :** Ecologie et génie de l'environnement

**Thème**

**Etude physico-chimique et activité biologique d'une plante  
aromatique, *Citrus aurantium* L.**

**Présenté par:** Guerabsi Karima

**Devant le jury composé de :**

<b>Présidente :</b>	M <sup>me</sup> Bendjedid Samira	M.C.B.	Université de Guelma
<b>Examinatrice :</b>	M <sup>me</sup> Laouar Hadia.	M.C.B.	Université de Guelma
<b>Encadrante :</b>	M <sup>me</sup> Hami Manel	M.C.A.	Université de Guelma

**Juin 2025**

# Remercîments

Je tiens d'abord à remercier le bon dieu ALLAH,

A notre créateur le plus puissant de m'avoir donné la force et la volonté ainsi de m'avoir guidé vers le chemin du savoir afin d'accomplir ce travail.

Mon profond remerciement à ma promotrice Mme Hami Manel pour son encadrement, ses conseils précieux et sa disponibilité tout au long de cette recherche. Son expertise et son soutien ont été essentiels à l'aboutissement de ce travail.

Je tiens à remercier les membres de jurys pour l'honneur qui m'ont fait en acceptant de siéger à ma soutenance.

Je souhaite également remercier Professeur Djekoune le directeur du Centre de recherche des sciences pharmaceutiques de Constantine et tout le staff, précisément le laboratoire des activités biologiques représenté par l'ingénieur du laboratoire Walid sans oublier M<sup>lle</sup> Nesrine pour avoir offert les ressources nécessaires et un environnement propice à la recherche.

Je tiens à remercier aussi Mr le directeur du laboratoire régional du contrôle de la qualité et de la conformité de Constantine et son staff, précisément l'équipe du département des analyses fines Mr Zaabat, Zahra et Souad pour leurs soutiens et leurs bienveillance.

Mes remerciements les plus profonds à mes collègues du travail Samira et Sonia.

Je remercie également Mm Koutchoukali qui m'a ouvert les portes de ses champs pour effectuer ma récolte.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

## Dédicaces :

À ma chère mère qui m'a soutenu pour cette expérience et qui a pris ma main vers le chemin du savoir depuis mon jeune âge. En témoignage de ma gratitude pour ton soutien, les mots ne suffisent pas pour exprimer tout l'amour et l'admiration que j'ai pour toi. Maman tu es pour moi le symbole par excellence de la bonté, la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a jamais cessé de me soutenir et de prier pour moi. Qu'Allah te préserve et te récompense mon cher être, maman je t'aime.

À mon père qui nous a éduqué sur l'amour du savoir et l'aventure pour la science, pour sa sagesse et son soutien essentiel, je ne te remercie jamais assez papa.

À ma sœur Belkis., qui était de tout cœur et acte avec moi ; étape par étape, grâce à ton soutien et ta complicité j'ai pu atteindre ce travail. Petite adorable sœur je t'aime.

À mon fiancé qui m'a toujours encouragé et cru en moi pour faire cette expérience unique, pour sa présence réconfortante, son encouragement pour la recherche.

À mon brave frère qui m'a aidé à traverser ce long chemin

À mon cher oncle M.Salah qui m'a hérité l'amour de l'agronomie.

À mon cher grand père Ahmed, pour ses conseils précieux et son soutien profond.

À mes amies, Samira et Fairouz, merci de m'avoir aidé et soutenu pour réaliser ce travail, vous êtes le symbole de la sincère amitié vous étiez des sœurs pour moi.

À mes copines Selma et Amira merci de m'avoir encouragé dans ce parcours.

À tous ceux qui ont été présents et m'ont encouragé pendant tout le long de cette étude.

### Liste des tableaux

<b>Tableau</b>	<b>Page</b>
<b>Tableau 01</b> : Classification des principaux pays producteurs d'agrumes ( <b>Atlas Big 2018-2021</b> ).	<b>05</b>
<b>Tableau 02</b> : Wilayas productrices des agrumes et leurs superficies par région (ha) ( <b>D.S.A., 2021/2022</b> ).	<b>08</b>
<b>Tableau 03</b> : Composition chimique de l'huile essentielle de <i>C. aurantium</i>	<b>29</b>
<b>Tableau 04</b> : rendement en huile essentielle de <i>Citrus aurantium L</i>	<b>49</b>
<b>Tableau 05</b> : les propriétés organoleptiques des HE de <i>C. aurantium L</i> .	<b>50</b>
<b>Tableau 06</b> : Rendement de l'extrait aqueux	<b>51</b>
<b>Tableau 07</b> : résultats du screening phytochimique	<b>52</b>
<b>Tableau 08</b> : Résultats des teneurs en substances phytochimiques dans l'huile essentielle (HE) (mg /g d'HE).	<b>54</b>
<b>Tableau 09</b> : bilan des analyses physicochimique d'HE pendant 2 mois de conservation.	<b>56</b>

### Liste des figures :

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 01</b> : Répartition géographique de la production mondiale des agrumes (FAO, 2014).	<b>04</b>
<b>Figure 02</b> : Répartition des superficies agrumicoles par région (MADRP, 2013).	<b>06</b>
<b>Figure 03</b> : Répartition des zones productives des agrumes en Algérie.	<b>07</b>
<b>Figure 04</b> : Anatomie des agrumes	<b>09</b>
<b>Figure 05</b> : Structure de l'écorce de l'orange.	<b>12</b>
<b>Figure 06</b> : la plante étudiée <i>Citrus aurantium L</i>	<b>15</b>
<b>Figure 07</b> : Coupe équatoriale d'une orange amère	<b>16</b>
<b>Figure 08</b> : Arbre (bigarade) avec les parties de la plante étudiées et les constituants actifs les plus abondants.	<b>17</b>
<b>Figure 09</b> : huiles essentielles de quelques plantes aromatiques	<b>20</b>
<b>Figure 10</b> : quelques utilisations des HE	<b>25</b>
<b>Figure 11</b> : huile essentielle de <i>C. aurantium L</i>	<b>28</b>
<b>Figure 12</b> : Extraction d'HE par Hydrodistillation	<b>30</b>
<b>Figure 13</b> : extraction d'HE par solvant organique	<b>31</b>
<b>Figure 14</b> : Extraction d'HE par entraînement à la vapeur d'eau	<b>32</b>
<b>Figure 15</b> : arbre de la plante <i>Citrus aurantium L</i>	<b>36</b>
<b>Figure 16</b> : Localisation géographique de la région de collecte de <i>C. aurantium L</i> .	<b>37</b>
<b>Figure 17</b> : le fruit de la plante <i>Citrus aurantium L</i> (photo originale 2025)	<b>38</b>
<b>Figure 18</b> : Dispositif utilisé pour l'extraction de l'HE	<b>39</b>

<b>Figure 19</b> : entrainement à la vapeur de l'épluchure de <i>Citrus aurantium L</i>	<b>39</b>
<b>Figure 20</b> : préparation de l'extrait hydro-méthanolique	<b>41</b>
<b>Figure 21</b> : réactifs utilisés pour le screening phytochimique	<b>42</b>
<b>Figure 22</b> : Détermination de l'indice d'acide	<b>44</b>
<b>Figure 23</b> : refractomètres	<b>45</b>
<b>Figure 24</b> : mesure de la densité relative à 20 C	<b>47</b>
<b>Figure 25</b> : Réaction de réduction du DPPH en présence d'un antioxydant	<b>48</b>
<b>Figure 26</b> : rendement de l'extraction de l'épluchure de <i>C.aurantium</i>	<b>49</b>
<b>Figure 27</b> : Courbe d'étalonnage du dosage des polyphénols totaux.	<b>53</b>
<b>Figure 28</b> : Courbe d'étalonnage de dosage des flavonoïdes.	<b>54</b>
<b>Figure 29</b> : indice d'acide pendant la période d'essai	<b>59</b>
<b>Figure 30</b> : indice de réfraction pendant la période d'essai	<b>60</b>
<b>Figure 31</b> : Densité relative à 20 C de l'HE <i>Citrus aurantium L</i>	<b>61</b>
<b>Figure 32</b> : courbes représentent l'évolution de l'activité antioxydante de la Acide AA et HE en fonction de l'absorbance	<b>62</b>
<b>Figure 33</b> : Pourcentages d'inhibition du DPPH par l'AA	<b>63</b>
<b>Figure 34</b> : Pourcentages d'inhibition du DPPH par l'huile essentielle	<b>64</b>

### Liste des abréviations :

**AA** : Acide ascorbique

**Abs C** : Absorbance du contrôle négatif

**Abs E** : Absorbance de l'échantillon (HE).

**C** : Concentration

**C. aurantium** : *Citrus aurantium*

**DPPH** : 2,2-diphnyl-1-picrylhydrazyl

**EAG** : Equivalent acide gallique

**EQ** : Equivalents de quercétine

**FeCl<sub>3</sub>** : Chlorure ferrique

**HE** : Huile essentielle

**IA** : Indice d'acide

**IC<sub>50</sub>** : Concentration inhibitrice médiane

**IR** : indice de réfraction

**mg** : Milligramme

**NaOH** : Hydroxyde de sodium

**nm** : Nanomètre.

**R** : Répétition

## **Résumé :**

Dans une démarche de valorisation des sous-produits agricoles, cette étude s'intéresse à l'extraction et à la caractérisation de l'huile essentielle issue des écorces de *Citrus aurantium* L. L'extraction a été réalisée par entraînement à la vapeur d'eau, dans le but d'évaluer la composition chimique, l'activité antioxydante, ainsi que la stabilité physicochimique de l'huile essentielle au cours d'une conservation de deux mois. L'analyse des paramètres physicochimiques a révélé une légère variation au fil du temps, avec une densité relative de 0,8427, un indice de réfraction variant de 1,472 à 1,474, et un indice d'acidité de 1,81 mg/g. L'huile s'est également montrée miscible dans l'éthanol, témoignant de sa bonne solubilité. D'un point de vue organoleptique, l'huile obtenue est liquide, de couleur jaune, à l'odeur fraîche, avec un rendement d'extraction de 0,23 %. Les analyses phytochimiques qualitatives ont confirmé la présence de composés bioactifs tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les glycosides, les quinones libres et les anthraquinones. Les dosages quantitatifs ont montré une teneur en polyphénols de 243,85 mg EAG/g et une teneur en flavonoïdes totaux de  $4,62 \pm 0,22$  mg EQ/g. L'activité antioxydante, évaluée par le test DPPH, a révélé un pourcentage d'inhibition variant entre  $13,71 \pm 0,09$  % et  $30,87 \pm 0,13$  %, avec une bonne stabilité durant la période de conservation. Ces résultats soulignent le potentiel de *Citrus aurantium* L. comme source d'antioxydants naturels et démontrent l'intérêt d'une valorisation durable de ses écorces, contribuant ainsi à une meilleure gestion des déchets agroalimentaires et à l'optimisation des procédés de conservation des huiles essentielles.

**Mots clés :** *Citrus aurantium* L, extraction, entraînement à la vapeur, Huile essentielle, étude physicochimique, activité antioxydante.

## المخلص

في إطار تقيم المنتجات الثانوية الزراعية، تهدف هذه الدراسة إلى استخلاص وتوصيف الزيت العطري المستخرج من قشور البرتقال المر. تم الاستخلاص بواسطة التقطير بالبخار، من أجل تقييم التركيب الكيميائي، النشاط المضاد للأكسدة، والثبات الفيزيائي-الكيميائي للزيت العطري خلال فترة حفظ دامت شهرين. أظهرت التحاليل الفيزيائية-الكيميائية تغيرات طفيفة مع مرور الوقت، حيث بلغت الكثافة النسبية 0.8427، ومؤشر الانكسار تراوح بين 1.472 - 1.474، في حين بلغ مؤشر الحموضة 1.81 ملغ/غ. كما أظهر الزيت قابلية للامتزاج مع الإيثانول، مما يدل على ذوبانية جيدة. من الناحية الحسية، يتميز الزيت المستخلص بلونه الأصفر ورائحته المنعشة، مع مردود استخلاص قدره 0.23%. أكدت التحاليل الكيميائية النباتية النوعية وجود مركبات نشطة بيولوجياً مثل البوليفينولات، الفلافونويدات، الغليكوزيدات، الكينونات الحرة والأنثراكينونات. أما التحاليل الكمية، فقد أظهرت محتوى من البوليفينولات بلغ 243.85 ملغ مكافئ حمض الغاليك/غ، ومحتوى من الفلافونويدات الكلية بلغ  $4.62 \pm 0.22$  ملغ مكافئ كيرسيتين/غ. وقد أظهر اختبار للنشاط المضاد للأكسدة نسب تثبيط تراوحت بين  $13.71 \pm 0.09\%$  و  $30.87 \pm 0.13\%$ ، مع ثبات جيد طوال فترة الحفظ. تؤكد هذه النتائج على إمكانية اعتبار البرتقال المر كمصدر طبيعي لمضادات الأكسدة، وتبرز أهمية تقيم قشوره بطريقة مستدامة، مما يساهم في تحسين إدارة النفايات الزراعية الغذائية وتحسين طرق حفظ الزيوت العطرية.

**الكلمات المفتاحية:** البرتقال المر، الاستخلاص، التقطير بالبخار، الزيت العطري الدراسة الفيزيائية الكيميائية، النشاط المضاد للأكسدة.

## Abstract

In a context of agricultural by-product valorization, this study focuses on the extraction and characterization of essential oil obtained from the peels of *Citrus aurantium* L. The extraction was carried out by steam distillation in order to evaluate the chemical composition, antioxidant activity, and physicochemical stability of the essential oil over a two-month storage period. Physicochemical analysis revealed slight variations over time, with a relative density of 0.8427, a refractive index ranging from 1.472 to 1.474, and an acid value of 1.81 mg/g. The oil also proved to be miscible in ethanol, indicating good solubility. Organoleptically, the obtained oil is a yellow liquid with a fresh scent, and an extraction yield of 0.23%. Qualitative phytochemical screening confirmed the presence of bioactive compounds such as polyphenols, flavonoids, glycosides, free quinones, and anthraquinones. Quantitative analyses revealed a polyphenol content of 243.85 mg GAE/g and a total flavonoid content of  $4.62 \pm 0.22$  mg QE/g. Antioxidant activity, assessed using the DPPH assay, showed an inhibition percentage ranging from  $13.71 \pm 0.09\%$  to  $30.87 \pm 0.13\%$ , with good stability during the storage period. These results highlight the potential of *Citrus aurantium* L. as a source of natural antioxidants and demonstrate the relevance of sustainably valorizing its peels, thereby contributing to better agro-industrial waste management and optimization of essential oil preservation processes.

**Keywords :** *Citrus aurantium* L., extraction, steam distillation, essential oil, physicochemical study, antioxidant activity.

## SOMMAIRE

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Résumés	
Introduction.....	01
<b>Partie 01 : Revue bibliographique</b>	
I.1. Historique /Provenance des agrumes .....	04
I.2. Répartition d'agrumes .....	04
I.2.1. Culture des agrumes dans le monde .....	04
I.2.2. Culture des agrumes en Algérie .....	06
I.3.Vue d'ensemble sur les agrumes .....	08
I.4. Taxonomie des agrumes .....	09
I.5. Catégories d'agrumes .....	09
I.5.1 .Valorisation des agrumes .....	11
I.6. Ecorce d'orange .....	11
I.6.1.Structure des écorces .....	11
II.2.La composition chimique de l'écorce d'agrumes .....	12
II.2.1. Composition chimique des écorces d'oranges .....	12
II.2.2. La teneur en eau des agrumes .....	13
II.2.3. La richesse en protéine .....	13
II.2.4. La richesse en pigments .....	13
II.3.Valorisation des écorces d'agrumes .....	13
III.1.Présentation du genre Citrus .....	14

III.2. L'espèce étudiée : <i>Citrus aurantium</i> L .....	14
III.2.1. Description botanique .....	14
III.2.2. La position systématique .....	15
III.2.3. Description morphologique .....	16
III.2.4. Structure anatomique du fruit .....	16
III.2.5. les Constituants actifs de <i>C. aurantium</i> .....	17
IV.1. Généralité sur les huiles essentielles .....	20
IV.2. Localisation des huiles essentielles .....	21
IV.3. Composition chimique des huiles essentielles .....	21
V.1 Les vertus et utilisations des huiles essentielles .....	22
V.2. Propriétés thérapeutiques .....	22
V.2.1. Activité antioxydante .....	23
V.2.2. Activité anti-inflammatoire .....	23
V.2.3. Effet antimicrobien .....	23
V.2.4. Effet antidiabétique .....	24
V.2.5. Effet biocide .....	24
VI. Applications courantes .....	24
IV. Propriétés des huiles essentielles .....	25
IV.1. Propriétés physico-chimiques .....	25
IV.2. Les facteurs influençant la composition des HE .....	26
IV.3. Authenticité des huiles essentielles .....	26
VI. Huile essentielle de <i>C. aurantium</i> .....	27

<b>VII. Les techniques d'extraction des HE .....</b>	<b>29</b>
<b>VIII. Toxicité des huiles essentielles .....</b>	<b>32</b>
<b>XI. Conservation des huiles essentielles .....</b>	<b>32</b>
<b>Partie 02 : Partie expérimentale</b>	
<b>I. Matériel et méthodes .....</b>	<b>35</b>
<b>I. 1. Matériel non biologique .....</b>	<b>35</b>
<b>I. 2. Matériel biologique .....</b>	<b>36</b>
<b>I.2.1. Description de la plante .....</b>	<b>36</b>
<b>I.2.2. Présentation de la zone de récolte .....</b>	<b>37</b>
<b>I.3. Extraction de l'HE par entraînement à la vapeur .....</b>	<b>38</b>
<b>I.4. Screening phytochimique .....</b>	<b>40</b>
<b>1.5. Analyse de l'extrait hydro-méthanolique .....</b>	<b>43</b>
<b>1.5.1. Dosage des composés phénoliques totaux .....</b>	<b>43</b>
<b>1.5.2. Dosage des flavonoïdes .....</b>	<b>43</b>
<b>I.6. Analyses physicochimique de l'huile essentielle de Bigaradier .....</b>	<b>44</b>
<b>I.6.1. Détermination de l'indice d'acide .....</b>	<b>44</b>
<b>I.6.2. Détermination de l'indice de réfraction à 20 °C .....</b>	<b>44</b>
<b>I.6.3. Évaluation de la miscibilité à l'éthanol .....</b>	<b>45</b>
<b>I.6.4. Détermination de la densité relative à 20 °C .....</b>	<b>46</b>
<b>1.7. Test de Piégeage du radical libre 2,2- diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) .....</b>	<b>47</b>
<b>1.7.1. Calcul des IC50 .....</b>	<b>48</b>
<b>III Résultats et discussion .....</b>	<b>49</b>
<b>III .1. Rendement moyen de l'huile essentielle .....</b>	<b>49</b>
<b>III.2. Caractéristiques organoleptiques .....</b>	<b>50</b>

<b>III.3.Screening phytochimique .....</b>	<b>51</b>
<b>III.3.1.Rendement de l'extrait hydro-méthanolique .....</b>	<b>51</b>
<b>III.3.2. Analyses qualitatives des composées phytochimiques .....</b>	<b>51</b>
<b>III.3.3.Dosage des polyphénols totaux .....</b>	<b>53</b>
<b>III.3.4.Dosage des flavonoïdes .....</b>	<b>54</b>
<b>III.4. Analyses physicochimiques de l'huile essentielle de <i>C. aurantium</i> .....</b>	<b>55</b>
<b>III. 5. Activité antioxydante de l'HE du <i>C.aurantium L</i> .....</b>	<b>61</b>
<b>III.5.1. Test de Piégeage du radical libre 2,2- diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) .....</b>	<b>61</b>
<b>III.5.2. Détermination du pourcentage d'inhibition .....</b>	<b>63</b>
<b>Conclusion .....</b>	<b>66</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>69</b>

## **Introduction :**

Les écorces d'agrumes, en particulier celles de *Citrus aurantium* L. (orange amère), constituent une biomasse agro-industrielle abondante, souvent considérée comme un simple déchet de la filière agrumicole. Pourtant, ces sous-produits végétaux représentent une ressource précieuse, encore largement sous-exploitée, notamment pour l'extraction d'huiles essentielles aux propriétés biologiques et technologiques intéressantes. Leur valorisation s'inscrit dans une démarche de développement durable, visant à réduire les pertes agricoles tout en générant des produits à haute valeur ajoutée, notamment dans les secteurs pharmaceutique, cosmétique et agroalimentaire.

Des recherches récentes ont mis en évidence la richesse des écorces d'orange et de citron en composés bioactifs tels que les terpènes, les flavonoïdes et les composés phénoliques, qui peuvent être extraits et utilisés dans divers domaines d'application (Lagha-Benamrouche, 2018). Parmi ces composés, les huiles essentielles obtenues par entraînement à la vapeur d'eau se distinguent par leur teneur élevée en terpènes, aldéhydes et linalol, conférant à ces extraits des propriétés antioxydantes notables (Jabri Karoui & Marzouk, 2013 ; Mohammed *et al.*, 2021). Ces caractéristiques en font des candidats de choix pour la conservation des produits naturels et l'élaboration de formulations fonctionnelles innovantes.

Cependant, l'une des principales limitations à l'utilisation industrielle des huiles essentielles réside dans la stabilité de leurs propriétés physicochimiques et biologiques au cours du temps. Il est donc fondamental d'évaluer l'évolution de ces paramètres durant la conservation, afin de garantir la qualité et l'efficacité des produits finis (Mohammed *et al.*, 2021 ; Mokretari, 2017).

Dans ce contexte, le présent travail vise à étudier et valoriser les écorces de *Citrus aurantium* L. en mettant en œuvre une extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, suivie d'une caractérisation physicochimique, phytochimique et biologique de cette dernière. L'objectif principal est de suivre l'évolution de la qualité de l'huile essentielle durant une période de conservation de deux mois, afin d'évaluer sa stabilité et son potentiel de valorisation dans les industries agroalimentaire et cosmétique.

Ce mémoire est structuré en deux parties complémentaires :

- **La première partie**, consacrée à la **recherche bibliographique**, propose une synthèse approfondie sur les agrumes, en particulier *Citrus aurantium*, ses écorces, leur composition chimique et leurs usages potentiels. Elle présente également les principes généraux relatifs aux huiles essentielles et à leurs propriétés.
- **La seconde partie, expérimentale**, constitue le cœur de ce travail. Elle débute par la présentation des matériaux et des méthodes utilisés pour les différentes analyses physicochimiques, phytochimiques et biologiques réalisées. Elle se poursuit avec les résultats obtenus, accompagnés d'une discussion détaillée des données en lien avec les objectifs de valorisation durable.

# **Partie bibliographique**

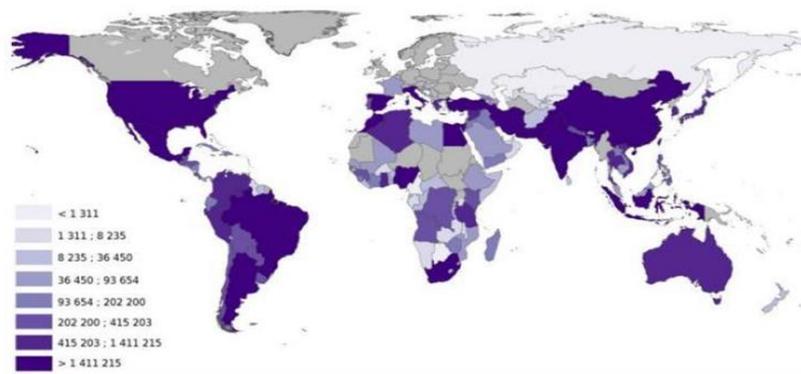
## I.1. Historique /Provenance des agrumes :

En se basant sur des analyses génomiques, phylogénétiques et biogéographiques ; les scientifiques s'accordent que les principales zones d'origine des espèces d'agrumes sont les régions tropicales et subtropicales de l'Asie du Sud Est, le nord-est de l'Inde dans les contreforts de l'Himalaya, la province du Yunnan au sud-ouest de la Chine et le nord du Myanmar , la péninsule indochinoise et l'archipel malaisien, à partir duquel les agrumes ont commencé à se propager vers les autres continents .(Zhong & Nicolosi, 2020).

## I.2. Répartition d'agrumes :

### I.2.1. Culture des agrumes dans le monde :

Au cours de la dernière décennie, la production mondiale de fruits a connu une croissance soutenue, atteignant un volume estimé à 909,6 millions de tonnes en 2021. Les agrumes représentent environ 18 % de cette production totale, soit 161,8 millions de tonnes. Parmi les agrumes, les oranges constituent la part la plus importante, avec une contribution de 47 %, tandis que les citrons, y compris les citrons verts, représentent également une proportion notable, soit 13 % (Ozdemirli & Kamiloglu, 2024). Selon la FAO (2014), le nombre de pays producteurs d'agrumes connaît une augmentation progressive. Une croissance notable de la production d'agrumes a été observée dans la majorité des régions du globe, en particulier dans les zones méditerranéennes et tropicales, où les conditions climatiques sont favorables à cette culture.



**Figure 01** : Répartition géographique de la production mondiale des agrumes (FAO, 2014).

Les agrumes constituent le groupe de fruits le plus largement produit à l'échelle mondiale. Leur production est considérée comme l'une des plus significatives dans le secteur agricole (**Torquato et al., 2017**). Toutes espèces confondues, la production mondiale d'agrumes dépasse les 110 millions de tonnes par an, cultivées sur une superficie d'environ 7,5 millions d'hectares. Les oranges représentent à elles seules environ 60 % de cette production totale. Les tangerines, mandarines, clémentines et satsumas en constituent environ 23 %. Par ailleurs, la production annuelle de citrons et de limes s'élève à près de 13,7 millions de tonnes, tandis que celle des pamplemousses et pomelos atteint environ 4,4 millions de tonnes (**YARA, 2023**).

Comme l'indique le Tableau 1, les principaux pays producteurs d'agrumes dans le monde sont en premier la Chine, avec un rendement de 15 240,3 kg/ha et un volume de production atteignant 41,9 millions de tonnes. Elle est suivie par le Brésil, qui affiche un rendement plus élevé de 27 582,2 kg/ha. L'Inde occupe la troisième position avec une production de 12,5 millions de tonnes, suivie du Mexique (8,4 millions de tonnes) et des États-Unis (7,03 millions de tonnes). L'Espagne se classe en sixième position, suivie respectivement par la Turquie et l'Égypte. En ce qui concerne les pays du Maghreb, la contribution de la Tunisie, de l'Algérie et du Maroc à la production mondiale d'agrumes est estimée respectivement à 0,5, 1,4 et 2,2 millions de tonnes (**Atlas Big, 2018–2021**).

**Tableau 01** : Classification des principaux pays producteurs d'agrumes (**Atlas Big 2018-2021**).

Pays	Production (tonnes)	Production par personne (Kg)	Superficie (en hectares)	Rendement (Kg / Hectare)
Chine	41 905 490	30,064	2 749 648	15 240,3
Brésil	19 273 659	91,984	698 772	27 582,2
Inde	12 546 000	9,387	970 597	12 926,1
Mexique	8 437 589	67,643	594 816	14 185,2
USA	7 038 334	21,474	279 006	25 226,4
Espagne	6 777 999	145,266	297 615	22 774,4
Turquie	4 902 052	60,661	143 674	34 119,3
Égypte	4 675 660	47,957	193 727	24 135,3

## I.2.2. Culture des agrumes en Algérie :

La culture des agrumes est une pratique agricole importante en Algérie depuis plus d'un siècle, et le pays a été l'un des plus grands producteurs d'agrumes au monde (Schimmenti *et al.*, 2013). Cette culture se base sur des techniques agricoles traditionnelles et modernes. De ce fait, l'Algérie exporte chaque année une grande quantité d'agrumes de différentes variétés comme l'oranges, citrons, de pamplemousses, mandarines et les tangerines vers différents pays du monde, sont les cultivars les plus couramment plantés En moyenne, les rendements de ces cultures se répartissent comme suit : 73,3% pour les oranges, 16,1% pour les clémentines, 6,4% pour les citrons, 4% pour les mandarines et 0,3% pour les pomelos. (Amrouni, 2016). (Mimouni, 2023). Cette culture est implantée essentiellement dans les zones côtières du pays tel que Mitidja, de Chlef, de Skikda, d'Annaba et d'Oran, couvrant une superficie estimée à 50 000 hectares à des conditions climatiques adéquates telles que, une bonne précipitation, des températures modérées, un ensoleillement abondant, un bon drainage et une fertilité élevée du sol (FAO, 2018, FAO 2020)

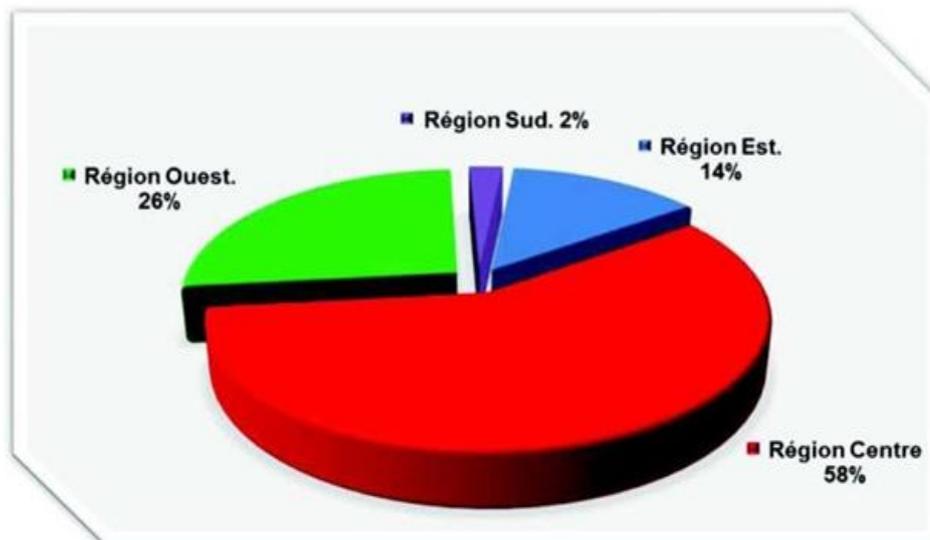
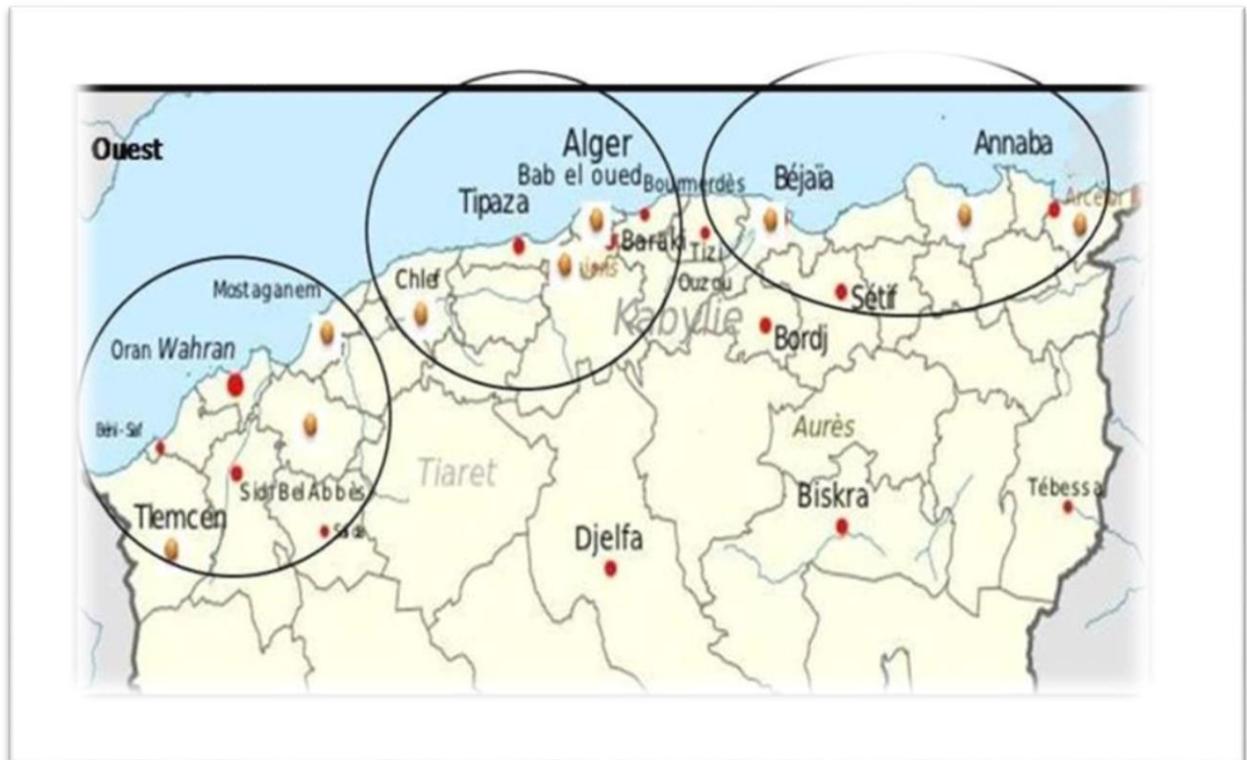


Figure 02 : Répartition des superficies agrumicoles par région (MADRP, 2013).

En revanche La production d'agrumes atteint 24 135,3 tonnes. Les principales zones de culture sont localisées dans les wilayas de Blida, Chlef, Tipaza, Relizane, Mascara, Mostaganem et Alger (**Koutti, 2017**) (figure 03). Durant la décennie précédant l'indépendance, la production annuelle d'agrumes avoisinait les 400 000 tonnes. Actuellement, l'Algérie se classe au 10<sup>ème</sup> rang mondial et figure parmi les plus importants producteurs d'agrumes de la région méditerranéenne (**Ali Arous, 2020**).



**Figure 03** : Répartition des zones productives des agrumes en Algérie.

<https://agronomie.info/fr/production-des-agrumes-en-algerie/>

L'Est Algérien est la région où les agrumes n'ont pas connu un développement important, plus de la moitié des vergers se trouvent au centre du pays (tableau 02).

**Tableau 02 : Wilayas productrices des agrumes et leurs superficies par région (ha) (D.S.A., 2021/2022).**

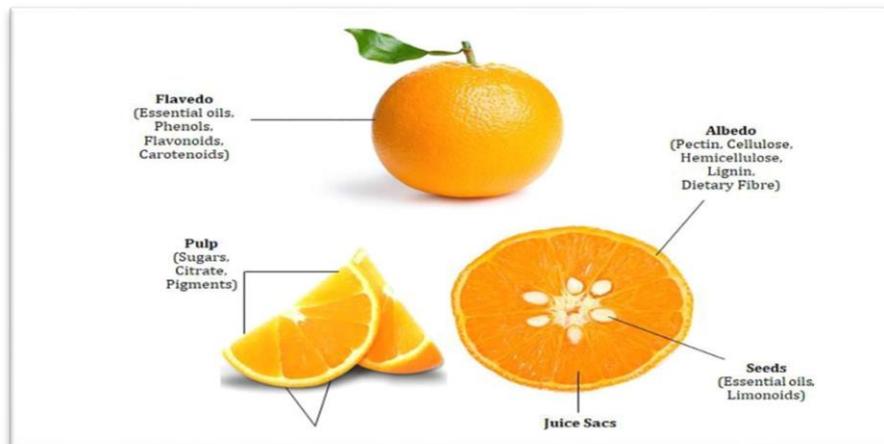
Ouest		Centre		Est		Sud			
Wilaya	Surface (ha)	Wilaya	Surface (ha)	Wilaya	Surface (ha)	Wilaya	Surface (ha)		
<b>Tlemcen</b>	2491	Chlef	5760	Jijel	327	Biskra	85		
<b>Mostaganem</b>	4488	Bejaia	2075			Skikda	2353	Bechar	34
<b>Mascara</b>	4256	Blida	16583	Annaba	521			Tamanrasset	199
<b>Oran</b>	230	Bouira	414					Guelma	874
<b>Ain Témouchent</b>	483	Tizi-Ouzou	1343	El-Taref	2092	Ghardaïa	971		
<b>Relizane</b>	4539	Alger	5088			Illizi	93		
<b>Totale</b>	<b>16487</b>		<b>39457</b>		<b>6167</b>		<b>1425</b>		

### I.3. Vue d'ensemble sur les agrumes :

Le mot agrume vient du mot italique *Acrumen* qui signifie saveur âcre. Désigne les arbres classés dans la famille des Rutacées, divisé en deux parties :

**La couche externe** : appelée le zeste, flavédo ou épicarpe riche en glande à huiles essentielles.

**La couche interne** : appelé la pulpe ou Albédo répartie en quartiers issus des carpelles, entourés d'une fine peau ( endocarpe ) comprenant des pépins et de nombreux poils gorgés de jus riches en eau, acides organiques, sucres, pigments (caroténoïdes et parfois anthocyanes) et sels minéraux (Kara, 2018).



**Figure 04** : Anatomie des agrumes (*Suri et al, 2022*)

#### **I.4. Taxonomie des agrumes :**

Les agrumes font partie de la famille des Rutacées et sont également classés dans la sous-famille des Aurantioideae. (**Baldwin, 1993**) (On trouve la sous-tribu des Citrinae, la sous-famille des Aurantioideae ainsi que la famille des Rutacées au sein de l'ordre des Géraniales).

#### **I.5. Catégories d'agrumes :**

Certains chercheurs ont divisé le genre citrus en 16 espèces, tandis que d'autres l'ont segmenté en 159 espèces différentes. Au vu de l'hybridation possible entre les différentes espèces d'agrumes et des variations clonales, il est très ardu d'établir avec précision le nombre d'espèces. Parmi les différentes sortes d'agrumes, on trouve *Citrus sinensis* (orange douce), *Citrus aurantium* (orange amère), *Citrus citron* (citron), *Citrus reticulata* (mandarine) et *Citrus paradise* (pamplemousse). (**Richa et al., 2023b**)

- **Orange douce (*Citrus sinensis*)**

Il est généralement admis que *Citrus sinensis* trouve son origine en Asie du Sud-Est, où sa culture aurait débuté en Chine aux alentours de 2500 avant notre ère. Cette espèce figure parmi les composants les plus couramment utilisés dans la médecine traditionnelle chinoise. Les fruits présentent une large variabilité morphologique, avec des formes allant du rond à l'oblong (**Dongre et al, 2023**).

Les oranges sont composées de 9 à 12 quartiers, contenant des pépins pleins ou partiellement développés. Leur pulpe, dont la couleur peut varier du jaune à l'orange, voire au rouge ou au violet, offre une saveur sucrée à légèrement acidulée, avec une présence de graines faible ou nulle. Typiquement, l'orange est appréciée pour son goût doux-amer et se consomme aussi bien à l'état frais qu'en tant que matière première pour l'extraction de jus. Sur le plan génétique, elle résulte d'un croisement naturel entre le pamplemoussier (*Citrus maxima*) et le mandarinier (*Citrus reticulata*) (Richa *et al*, 2023b).

- **L'orange amer (*Citrus aurantium*) :**

L'orange amer provient du Sud-Est asiatique, est une espèce arbustive remarquable, atteignant une hauteur comprise entre 4 et 5 mètres. Il se caractérise par un tronc fortement ramifié, des branches épineuses et un feuillage persistant émettant une fragrance subtile (Allais, 2009). La pulpe de ses fruits présente une saveur acidulée, tandis que le zeste se distingue par son amertume prononcée. Ces fruits sont largement utilisés dans la confection de desserts et revêtent une importance économique notable en raison de la richesse de leur huile essentielle. Cette dernière est couramment exploitée comme agent aromatisant dans divers produits alimentaires, incluant les boissons (alcoolisées et non alcoolisées), les confitures, les gelées, les confiseries, les sodas, les crèmes glacées ainsi que les produits laitiers (De Santis & Frangipane, 2020).

- **Citron (*Citrus limon*) :**

L'arbre atteint une hauteur de 2,5 à 3 mètres qui se caractérise par des feuilles persistantes en forme lancéolée. Ses fleurs, sont blanches avec une légère teinte violette sur les bords des pétales. Quant au fruit se présente sous la forme d'une baie verte allongée, ovale et pointue qui prend une teinte jaune en mûrissant. À l'intérieur, la baie est remplie d'une pulpe juteuse divisée en segments, similaire à la structure d'une orange. (Klimek-Szczykutowicz *et al*, 2020) Il s'agit de la troisième espèce d'agrumes la plus cultivée à l'échelle mondiale, et elle est largement employée sous diverses formes, notamment comme produit frais, boisson, ingrédient culinaire et conservateur alimentaire. (Di Matteo *et al*, 2021).

- **La mandarine (*Citrus reticulata*) :**

Ces fruits sont cultivés dans les régions tropicales, précisément en Indonésie ; son goût sucré et frais, de sa couleur légèrement acide et jaune à maturité, ce qui les rend plus attrayants et considéré comme supérieurs aux autres cultivars d'agrumes (**Al Riza et al, 2023**). Cet arbuste épineux, à port buissonnant et à feuillage persistant, atteint généralement une hauteur de 2 à 8 mètres, les variétés les plus courantes mesurant en moyenne 7,5 mètres. Il se distingue par une cime dense et des branches fines portant des feuilles lancéolées, d'un vert foncé, avec une nervure centrale bien marquée. Cet arbre produit des fleurs blanches parfumées, suivies de fruits ovales et légèrement aplatis, à la chair sucrée et dorée. (**Musara et al., 2020**)

- **Le pamplemousse (*Citrus paradisi*)**

Est un hybride résultant d'un croisement naturel entre le pamplemousse et l'orange douce. Ces fruits ont suscité un grand intérêt en raison de leurs propriétés nutritionnelles et anti-oxydantes. Leur singularité réside dans la présence d'un pigment rouge au sein des sacs de jus, ainsi que dans les concentrations relativement élevées de flavanones, telles que la narirutine et la naringine, ainsi que de leurs aglycones respectifs. (**Kumar et al., 2020**)

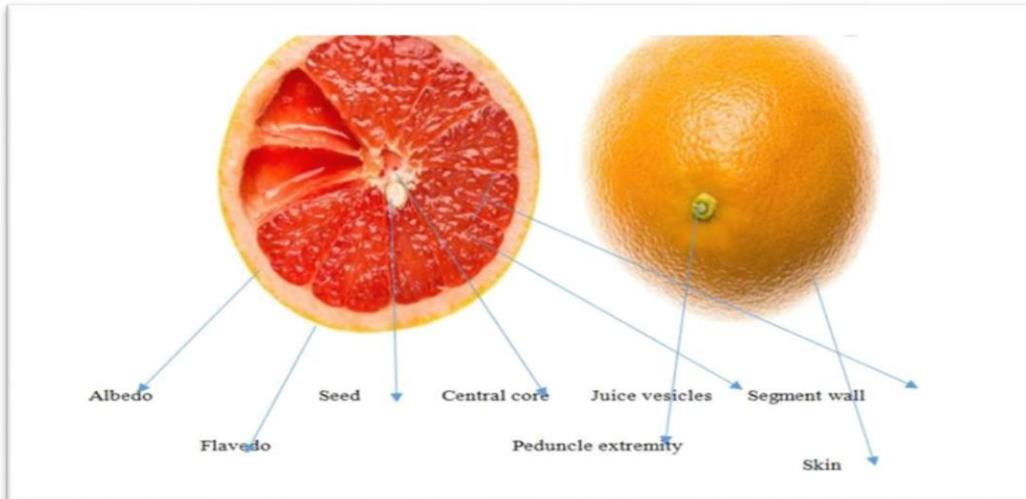
### **I.5.1 .Valorisation des agrumes :**

Les agrumes, en particulier les oranges, les citrons, les pamplemousses, les mandarines et les tangerines, sont principalement valorisées jus, constituant ainsi le principal produit final de l'industrie de leurs industries. Selon le cultivar, en fonction de la variété d'agrumes le pourcentage de jus varie entre 45 % et 58% (**Suri et al. 2022**). Par ailleurs, elles sont largement exploitées dans les secteurs de l'alimentation, des boissons, de la cosmétique et de la pharmacie, où elles sont utilisées comme additifs, épices, ingrédients cosmétiques et médicaments chimiothérapeutiques (**Lv et al. 2015c**).

### **I.6. Ecorce d'orange :**

#### **I.6.1. Structure des écorces :**

L'exocarpe et le mésocarpe des agrumes sont respectivement désignés sous les termes de flavedo (la couche externe pigmentée) et albédo (la couche interne blanche). Ensemble, ces deux couches forment la peau du fruit, qui constitue environ 50 % de son poids frais (**Multari et al., 2021**).



**Figure 05 :** Structure de l'écorce de l'orange.

## II.2. La composition chimique de l'écorce d'agrumes :

La composition des agrumes peut varier en fonction de plusieurs facteurs, tels que la variété, les conditions climatiques et environnementales, ainsi que le stade de maturité de la plante et du fruit. L'écorce externe des agrumes est particulièrement riche en huiles essentielles (de 0,6 à 1 %) et en caroténoïdes, tandis que la partie interne spongieuse est une source importante de pectine, de composés phénoliques (variant entre 0,67 et 19,62 g/100 g) et de vitamine C (allant de 0,109 à 1,150 g/100 g). **M'Hiri, (2015).**

### II.2.1. Composition chimique des écorces d'oranges :

Environ 140 composés chimiques ont été isolés et identifiés dans les écorces d'agrumes Jusqu'à présent. Les constituant principales sont les flavonoïdes qui représente le groupe prédominant de composés bioactifs, remplissant diverses fonctions biologiques. **(Liu et al, 2021).** Les écorces d'orange sont constituées principalement de fibres, qui se divisent en fibres solubles (telles que la pectine) et insolubles (comme la cellulose, l'hémicellulose et la lignine). Les glucides qui comprennent des sucres réducteurs (fructose et glucose) et des sucres non réducteurs (saccharose). Les protéines, représentant entre 4 et 6 % de la composition, Les huiles essentielles d'orange, riches en composés aromatiques volatils, sont principalement localisées dans les écorces et les graines. Dans la peau, ces huiles se trouvent à diverses profondeurs du flavedo et des cuticules, et sont libérées lors de l'écrasement des sacs huileux, notamment lors

de la production de jus. Les acides gras majeurs présents dans ces huiles incluent l'acide oléique, linoléique, linolénique, palmitique et stéarique. Par ailleurs, la pulpe contient du glycérol, des phytostérols et des phytostérolines. (**Cirrincione et al., 2024**)

#### **II.2.2. La teneur en eau des agrumes :**

Les écorces d'agrumes présentent des teneurs élevées en eau, variant entre 2,97 et 3,79 g/100 g en poids sec (soit 60 % à 75 % en poids humide), ainsi qu'en sucres solubles, dont la concentration va de 6,52 à 47,81 g/100 g en poids sec. En raison de ces caractéristiques, elles constituent un coproduit hautement périssable, susceptible de fermenter et de favoriser le développement de moisissures (**Farhat et al, 2011 ; Kammoun et al, 2011**).

#### **II.2.3. La richesse en protéine :**

Ces écorces sont également riches en protéines (1,79 à 9,06 g/100 g en poids sec) et en minéraux (2,52 à 10,03 g/100 g en poids sec), tandis que la teneur en lipides est relativement faible (de 0,48 à 4 g/100 g en poids sec). Elles sont une source significative d'huiles essentielles, dont la concentration varie de 0,6 à 1 %, et d'essences odorantes (**Oreopoulou et al, 2007 ; Yeoh et al, 2008 ; Hosni et al., 2010 ; Farhat et al, 2011**).

#### **II.2.4. La richesse en pigments :**

Les écorces contiennent également des pigments, principalement des caroténoïdes (0,01 à 0,20 g/100 g en poids sec) et des anthocyanines, ainsi que des composés biologiquement actifs tels que la vitamine C (0,109 à 1,150 g/100 g en poids sec) (**Goulas et al., 2012**) ; (**Barros et al., 2012**) et des fibres alimentaires (6,30 à 82,69 g/100 g en poids sec) De plus, elles sont riches en composés phénoliques, avec une teneur variant de 0,67 à 22,32 g/100 g en poids sec. (**Ghasemi et al, 2009**) ; (**Magda et al., 2008**).

#### **II.3. Valorisation des écorces d'agrumes :**

Les résidus issus des agrumes renferment une grande diversité de composés bioactifs et phytochimiques, parmi lesquels figurent les huiles essentielles, l'acide ascorbique, divers sucres, des caroténoïdes, des flavonoïdes, des fibres alimentaires, des polyphénols ainsi qu'un ensemble d'oligoéléments (**Maqbool et al, 2023**).

Les déchets d'écorces d'agrumes sont principalement utilisés dans divers secteurs tels que l'alimentation animale, l'amendement organique du sol, le compostage et comme matière première pour la production de bioéthanol et de biométhanol. Ces déchets représentent une ressource à forte valeur ajoutée, susceptible d'être transformée en produits utiles dans l'industrie alimentaire, notamment la pectine, les fibres alimentaires, les protéines et les acides gras. Par ailleurs, les écorces d'agrumes offrent un potentiel pour l'extraction de flavonoïdes, d'agents bénéfiques et d'acide citrique, notamment dans les secteurs cosmétique et pharmaceutique. Bien que certaines études aient examiné la composition en macronutriments et le profil des acides aminés des écorces, l'utilisation de ces déchets pour la culture de micro-algues, dans le but d'améliorer leur teneur en protéines, reste encore à explorer. Toutefois, l'utilisation directe des écorces d'agrumes pose certains défis en raison de la présence de substances anti-nutritives. L'extraction partielle des acides aminés et la suppression des antinutriments pourraient réduire ces limitations et permettre une utilisation plus efficace dans la culture de microalgues (**Koochi et al., 2023**).

### **III.1. Présentation du genre Citrus :**

C'est l'une des subdivisions taxonomiques les plus significatives de la famille des Rutacées. Les fruits produits par les espèces de ce genre sont communément désignés sous le terme d'agrumes. (**Klimek-Szczykutowicz et al., 2020**). Les agrumes sont largement consommés à travers le monde entier grâce à leurs arômes et goûts plaisants, leur apport nutritionnel satisfaisant et les multiples avantages qu'ils offrent pour la santé, due à leur teneur élevée en nutriments et bioactifs. (**Lu et al., 2023**).

### **III.2. L'espèce étudiée : *Citrus aurantium* L :**

#### **III.2.1. Description botanique :**

L'orange amer, ou orange aigre est désignée scientifiquement sous le nom de *Citrus aurantium* L, une espèce arboricole appartenant à l'ordre des **Geraniales** (**Degirmenci & Erkurt, 2020**) et à la famille des **Rutaceae** (**Scandurra et al., 2022**). Le *Citrus aurantium* est apprécié pour ses fleurs blanches et son parfum délicat (**Maksoud et al., 2021**), traditionnellement exploitées pour la production d'eau de fleur d'oranger, communément appelée "*Zhar*", ainsi que d'huile essentielle connue sous le nom de *Néroli*. Cette huile est caractérisée par son arôme subtil, frais et zesté, associé à une note citralée, ainsi que par sa couleur jaune caractéristique, évoquant l'essence même de la fleur d'oranger (**Souiy et al., 2022**).



**Figure 06:** la plante étudiée *Citrus aurantium* L

### III.2.2. La position systématique :

La position systématique de *C. aurantium.L* est la suivante (Suryawanshi, 2011) :

- ♣ Règne : Plantae
- ♣ Division : Eudicots
- ♣ Classe : Rosids
- ♣ Ordre : Sapindales
- ♣ Famille : Rutaceae
- ♣ Genre : Citrus
- ♣ Espèce : aurantium
- ♣ Nom binomial (Nom botanique) : *Citrus aurantium* L.
- ♣ Sous-espèces : *Citrus amara*, *Citrus bergamia*, *Citrus bigaradia*, et *Citrus vulgaris*
- . ♣ Synonyme : orange amère, acide orange, orange de Séville, orange bigarade. (Karthikeyan et Karthikeyan., 2014).

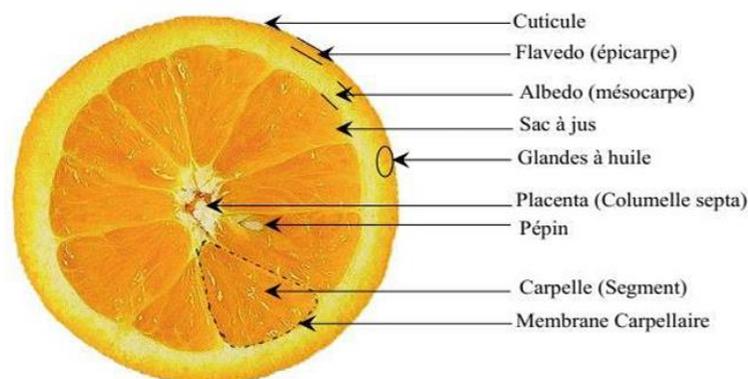
### III.2.3. Description morphologique :

Le fruit du *Citrus aurantium* se compose de deux parties principales : l'écorce, également appelée péricarpe, et la pulpe, désignée sous le terme d'endocarpe (**Ladaniya, 2008**). L'écorce elle-même est structurée en deux couches distinctes : l'épicarpe ou flavédo, correspondant à la surface externe colorée, et le mésocarpe ou albédo, situé en dessous et caractérisé par sa texture spongieuse et blanchâtre (**Rafiq et al, 2016**).

### III.2.4. Structure anatomique du fruit :

Le péricarpe du *Citrus aurantium* se divise en plusieurs couches bien différenciées.

- **L'épicarpe** (ou **flavédo**) constitue la couche externe colorée de l'écorce, présentant des teintes allant du jaune-orangé au rouge. Il est riche en glandes sécrétrices d'huiles essentielles, réparties de manière irrégulière dans le tissu (**Tenscher et al., 2005**) ; (**M'Hiri, 2015**).
- **Le mésocarpe** (ou **albédo**) correspond à la couche intermédiaire, blanche et spongieuse, située sous le flavédo. Il est généralement moins pigmenté et représente la partie fibreuse de l'écorce (**Ramful et al, 2010**) ; (**Bousbia, 2011**). L'ensemble épicarpe–mésocarpe constitue le péricarpe du fruit (**Ladaniya, 2008**).
- **L'endocarpe**, ou **pulpe**, est la portion interne comestible du fruit. Il est constitué de segments appelés carpelles, chacun contenant des vésicules juteuses remplies de suc (**Kimball, 1999** ; **Guimarães et al, 2010**).

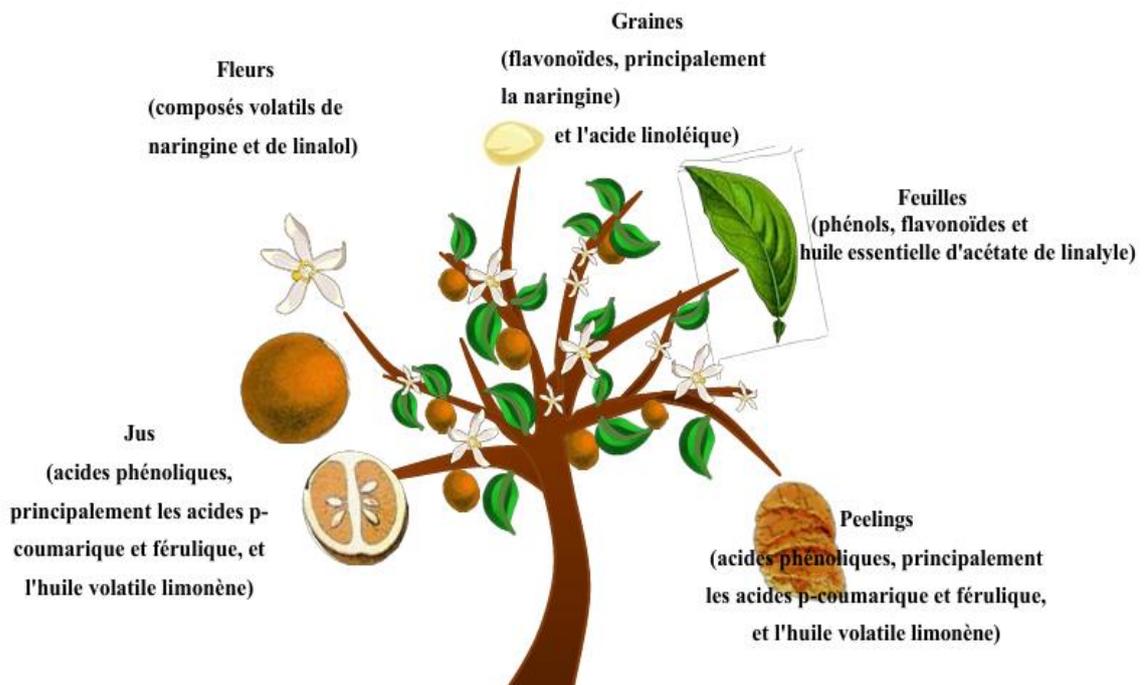


**Figure 07** : Coupe équatoriale d'une orange amère (**Hendrix et Redd, 1995**).

### III.2.5. les Constituants actifs de *C. aurantium* :

Les métabolites secondaires des plantes, sont aussi appelés les composés phytochimiques, possèdent des propriétés reconnues pour leur importance majeure dans le maintien de la santé humaine, notamment par leurs effets anticancéreux, antiprolifératifs, hypolipidémiants et cardioprotecteurs. (Mannucci *et al*, 2018)

Leur forte activité antioxydante est déterminée à leur aptitude naturelle à neutraliser les radicaux libres et à interrompre les réactions en chaîne oxydatives. La plante *Citrus aurantium* est très riche en composés phytochimiques. Parmi eux, les flavonoïdes, les composés bioactifs, qui se repartit en flavanones, flavones et flavonols. On y retrouve également des limonoïdes, comme la limonine et la nomiline, ainsi que des alcaloïdes, notamment la p-synéphrine (Suntar, *et al* 2018)



**Figure 08 :** Arbre (bigarade) avec les parties de la plante étudiées et les constituants actifs les plus abondants. <https://dx.doi.org/10.3390/molecules26195832>

- **Les fleurs *Citrus aurantium* :**

Dans la région méditerranéenne, les fleurs de *Citrus aurantium* sont couramment employées comme arôme naturel dans les boissons, les pâtisseries et diverses préparations culinaires. Elles sont également valorisées en phytothérapie pour leurs effets antidépressifs, anti-infectieux et sédatifs, et intégrées dans des produits de soins dermatologiques. (**Sarrou et al, 2013**).

Les fleurs de bigaradier renferment divers produits, notamment des huiles essentielles, de l'hydrolat et de l'absolue. Les hydrosols, quant à eux, sont des coproduits issus de l'hydrodistillation ou de la distillation à la vapeur d'eau des plantes aromatiques. Bien qu'en quantité moindre, ils constituent une forme précieuse d'huile essentielle. (**Labadie et al 2015**). Les principaux composés identifiés dans la poudre de pétales de *Citrus aurantium* sont, par ordre décroissant de concentration : l'acide D-glucuronique (10 %), le D-limonène (5,5 %), l'acide octadécénoïque (4 %), la daphnétine (3,7 %), l'acide hexadécénoïque (2 %), le linalol (2 %), la pyrrolidinone (1,2 %) et l'acide phtalique (1 %) (**Pasandideh et al 2021**)

- ***C. aurantium* Graines :**

Les pépins d'agrumes sont reconnus pour leur richesse en constituants bioactifs, tels que les limonoïdes, les caroténoïdes et les composés phénoliques. En médecine traditionnelle persane, ils étaient utilisés pour leurs propriétés analgésiques, anti-irritantes et comme antidotes contre les poisons et les toxines (**Hamedi et al 2019**). Selon la littérature, les flavonoïdes les plus abondants présents dans les graines de *Citrus aurantium* sont l'hespéridine, la néohespéridine, la naringine et la narirutine. Ces composés jouent un rôle majeur dans la préservation de la santé humaine grâce à leurs propriétés anti-inflammatoires, anticancéreuses, antioxydantes et cardioprotectrices (**Abou Baker et al 2020**)

À maturité, les flavonoïdes représentent les principaux constituants des graines de *Citrus aurantium*, avec une proportion de 56 %, tandis que les acides phénoliques y sont présents en quantité plus modérée, à hauteur de 22 % (**Moulehi, et al 2012**)

Les acides phénoliques identifiés dans les graines d'orange amère appartiennent à la famille des acides hydroxybenzoïques, parmi lesquels figurent l'acide vanillique, l'acide p-coumarique et l'acide trans-2-hydroxycinnamique. (**Dandekar et al 2008**)

- ***C. aurantium* Feuilles :**

Les feuilles d'agrumes constituent également une source significative de composés bioactifs, notamment de flavonoïdes, d'acide ascorbique et de composés phénoliques, reconnus pour leurs propriétés antioxydantes naturelles (**Khettal et al 2017**). Les feuilles de *Citrus aurantium* présentent un intérêt particulier pour l'industrie pharmaceutique, où elles peuvent être intégrées dans diverses formulations médicamenteuses (**Suryawanshi et al 2015**). L'analyse phytochimique des feuilles de *Citrus aurantium* a mis en évidence la présence de divers composés, parmi lesquels des flavonoïdes, des phytostérols, des glucides, des saponines, des huiles volatiles, des tanins, des terpénoïdes et des protéines (**Periyanayagam et al 2013**)

- ***C. aurantium* Peaux :**

À l'échelle industrielle, le rendement en jus des agrumes représente environ 50 % du poids total du fruit, tandis que les résidus sont majoritairement constitués d'écorces (40 à 50 %). Chaque année, les industries de transformation génèrent des milliers de tonnes d'écorces d'agrumes en tant que sous-produits. En raison de leur faible valorisation, ces résidus sont le plus souvent incinérés, posant ainsi d'importants problèmes d'élimination et contribuant à la pollution de l'environnement (**Shan et al 2016**).

Cependant, ces écorces renferment une grande variété d'huiles volatiles, notamment des sesquiterpènes, des monoterpènes et leurs dérivés, ainsi qu'une diversité d'autres composés bioactifs, tels que des flavones, des alcaloïdes dont l'octopamine, la synéphrine, la N-méthylthyramine et des caroténoïdes (**Maurya et al 2018 ; Singh et al 2021**). Reconnus pour leur innocuité, ces composés sont largement exploités dans diverses industries. Dans le secteur cosmétique, ils sont utilisés pour la fabrication de parfums, de produits de soins corporels et de savons, grâce à leur parfum attractif. Par ailleurs, ils trouvent également une application dans l'industrie agroalimentaire, où ils servent d'agents aromatisants et acidifiants dans les aliments, les boissons et les crèmes glacées (**Singh et al 2021 ; Burnett et al 2019**). L'écorce de *Citrus aurantium* se distingue par son épaisseur et sa richesse en pectine, supérieure à celle de l'orange douce (**Suryawanshi et al 2015**), ainsi que par une teneur plus élevée en huiles essentielles par rapport aux autres espèces d'agrumes (**Hosni et al 2010**). La concentration en huile essentielle de ses écorces varie de 0,1 à 1,7 % (**Burnett et al 2019**). , le limonène en constituant le composé volatil dominant (**Bendaha et al 2016, ;Teneva, 2019**). Concernant l'écorce de *C.*

*aurantium* d'origine italienne, les hydrocarbures monoterpéniques représentent 72,5 % des composés identifiés, contre 7 % pour les monoterpènes oxygénés, le limonène étant de loin le constituant principal. (Tundis, *et al.*, 2012)

#### IV.1. Généralité sur les huiles essentielles :

Selon la norme française **AFNOR NF T75A** l'huile essentielle est définie comme : « un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques, et qui sont séparés de la phase aqueuse par procédés physiques ». Selon l'Organisation internationale de normalisation (ISO), les huiles essentielles sont des substances extraites de matières végétales par différents procédés, notamment la distillation à la vapeur d'eau, la distillation sèche ou encore l'expression mécanique, en particulier pour les écorces d'agrumes. Ces procédés se déroulent généralement sans recours à des solvants, ce qui garantit la pureté du produit obtenu (**ISO 4720,2018**). Les huiles essentielles (HE) sont des substances naturelles complexes, composées majoritairement de métabolites secondaires volatils présents dans les végétaux. Leur composition peut être partiellement modifiée au cours du processus d'extraction. Ces composés sont produits par les plantes supérieures, en particulier en réponse à divers stress environnementaux, jouant un rôle essentiel dans la défense contre les agents infectieux ou parasitaires (**M.Giney Trebouta 2024**). Elles se distinguent généralement par leur forte odeur et leur composition complexe. Leur extraction se fait principalement par distillation à la vapeur ou par hydro-distillation, une technique ancestrale dont l'origine remonte aux civilisations arabes du Moyen Âge (**Asma Boukhennoufa et al 2024**).



**Figure 09** : huiles essentielles de quelques plantes aromatiques

## IV.2. Localisation des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont synthétisées par des cellules spécialisées présentes dans les plantes et peuvent être accumulées dans l'ensemble des organes végétaux. (**Laurent, 2017**)

- ❖ les feuilles : eucalyptus, citronnelle, laurier noble
- ❖ les fleurs : camomille, lavande
- ❖ les zestes : citron, orange, bergamote
- ❖ le bois : bois de rose, santal
- ❖ l'écorce : cannelle
- ❖ la racine : vétiver
- ❖ les fruits : anis, badiane
- ❖ les rhizomes : curcuma, gingembre
- ❖ les graines : muscade

## IV.3. Composition chimique des huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HE) renferment une grande diversité de constituants chimiques, parmi lesquels figurent fréquemment des alcools, cétones, aldéhydes terpéniques, esters, éthers et terpènes. Certaines peuvent également contenir, en moindre quantité, d'autres composés tels que les coumarines volatiles (**Zekri et al, 2016**).

### • Les Terpenoïdes :

Les terpènes constituent une classe d'hydrocarbures largement synthétisés par de nombreuses plantes, notamment les conifères et les agrumes. Ils dérivent de l'unité isoprène ( $C_5H_8$ ) et présentent des structures basées sur des multiples de cette formule. Leurs structures peuvent adopter une organisation linéaire ou cyclique (**Laurent, 2017**).

Un grand nombre de composés terpéniques sont utilisés dans l'industrie de la parfumerie ainsi que dans d'autres secteurs industriels. Par ailleurs, certains terpènes remplissent des fonctions

biologiques essentielles, notamment en tant qu'hormones ou vitamines (**Lamamra, 2018**). Les monoterpènes et leurs dérivés (tels que les alcools, esters, acétates, etc.) représentent les constituants majoritaires des huiles essentielles. Ils sont à l'origine des arômes et des saveurs caractéristiques propres à chaque plante. Leur analyse chimique s'avère complexe, en raison de la difficulté à les isoler à l'état pur à partir du mélange naturel dans lequel ils se trouvent, ainsi que des réarrangements structuraux qu'ils peuvent subir. Parmi les monoterpènes les plus connus, on peut citer le menthol, l' $\alpha$ -terpinéol, le linalol, le lavandulol et le géraniol (**Benzeggouta, 2005**)

- **Les Sesquiterpènes :**

L'allongement de la chaîne carbonée des sesquiterpènes offre un potentiel important de cyclisations, ce qui explique la grande diversité de structures squelettiques décrites, dépassant la centaine. Par ailleurs, plusieurs sesquiterpènes possèdent des fonctions chimiques bien définies, telles que des groupes alcooliques (comme le farnésol ou le carotol), des structures hydrocarbonées (à l'image du  $\beta$ -caryophyllène), ainsi que des fonctions cétone ou ester (**El Haib, 2011**).

### **V.1 Les vertus et utilisations des huiles essentielles :**

Les huiles essentielles (HE) sont reconnues pour leurs nombreuses propriétés bénéfiques, tant sur le plan physique que mental. Elles sont utilisées dans plusieurs domaines : santé, bien-être, cosmétique, alimentation et entretien domestique.

### **V.2. Propriétés thérapeutiques :**

Depuis l'Antiquité et peut être bien avant les plantes médicinales ont constitué une pharmacopée naturelle essentielle. *Citrus aurantium L.* figure parmi ces espèces largement reconnues pour leurs vertus thérapeutiques (**Doukani & Tabak, 2017**). À travers diverses cultures, cette plante est employée dans le traitement de plusieurs affections, notamment pour faciliter la digestion, soulager les flatulences et préserver la santé cardiovasculaire. Elle est également citée pour ses effets potentiels dans la prévention du cancer et dans la prise en charge des accidents vasculaires cérébraux (AVC). Par exemple, la consommation quotidienne d'un verre de jus d'orange amère pourrait réduire le risque d'AVC de 25 %. En médecine traditionnelle, les parties les plus couramment utilisées de *C. aurantium L.*

incluent les fruits secs, les fruits frais, les écorces, les feuilles, les fleurs, les graines, ainsi que l'huile essentielle extraite de ses différentes structures (**Suryawanshi, 2011**).

### **V.2.1. Activité antioxydante :**

Les antioxydants sont des composés capables de neutraliser les radicaux libres, limitant ainsi les dommages oxydatifs aux cellules et aux tissus. Leur rôle est essentiel dans la prévention de diverses pathologies liées au stress oxydatif, telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer ou encore les troubles neurodégénératifs. Les agrumes, en particulier, jouissent d'une grande popularité à travers le monde non seulement pour leur goût agréable, mais aussi pour leur richesse en composés bioactifs. Ils représentent une source prometteuse d'antioxydants naturels, notamment grâce à leur teneur en flavonoïdes, en acides phénoliques, en vitamine C et en caroténoïdes (**Deng et al, 2022**).

### **V.2.2. Activité anti-inflammatoire :**

L'inflammation constitue un mécanisme naturel et essentiel de défense de l'organisme face à des agressions d'origine physique, chimique, biologique ou infectieuse. Elle joue un rôle fondamental dans le maintien de l'intégrité physiologique (**John & Shcherazade, 2021**). Elle se manifeste classiquement par quatre signes cliniques caractéristiques : rougeur, chaleur, œdème et douleur. Ce processus est considéré comme une réponse immunitaire innée non spécifique (**ouali et Sadouni 2017**). Cependant, cette réponse protectrice peut devenir délétère lorsqu'elle est excessive, chronique ou mal régulée, en particulier en présence d'agents pathogènes persistants ou en cas de dysfonctionnement des cellules immunitaires impliquées dans le processus inflammatoire (**John & Shcherazade, 2021**).

### **V.2.3. Effet antimicrobien :**

Les extraits d'agrumes agissent comme des antimicrobiens naturels, ce qui offre une possibilité d'être utilisés dans plusieurs applications alimentaires (**Kadhim ,2013**). Les extraits d'eau, d'éthanol et de chloroforme des feuilles de *C. aurantium* possède une activité antibactérienne contre les bactéries gram-positives (*Staphylococcus aureus* et *Bacillus subtilis*) et gram-négatives (*Escherichia coli* et *Klebsiella pneumonia*) (**Gopal, 2012**). Par ailleurs, l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de Citrus a été largement documentée dans la littérature. Des études ont évalué les huiles essentielles extraites des feuilles, brindilles, petites branches,

branches ligneuses et écorces de tiges de *Citrus aurantium* pour leur efficacité contre *Agrobacterium tumefaciens*, *Dickeya solani* et *Erwinia amylovora* ( Okla *et al.*, 2019).

#### **V.2.4. Effet antidiabétique :**

L'efficacité des extraits de *Citrus aurantium* (orange amère) sur le système de défense antioxydante hépatique chez des souris diabétiques a été démontrée. Une réduction significative de la glycémie a été observée chez les souris diabétiques traitées expérimentalement avec ces extraits, comparativement aux souris diabétiques non traitées (Jia, Hu, 2015).

#### **V.2.5. Effet biocide :**

*Citrus aurantium* (bigaradier) présente une activité insecticide significative à l'encontre du charançon du blé (*Sitophilus granarius*). Cette efficacité varie selon plusieurs facteurs, notamment l'origine géographique de la plante, le compartiment végétal utilisé, le type d'extraction, la dose appliquée ainsi que le mode d'action. L'analyse des données a révélé un pouvoir insecticide notable des différents extraits de *C. aurantium*, suggérant la présence de diverses molécules bioactives libérées lors du processus d'extraction. Cette hypothèse est appuyée par une littérature abondante, indiquant que *C. aurantium* renferme des composés naturels à visée défensive, utilisés depuis longtemps comme insecticides. Appartenant à la famille des Rutaceae. (*Citrus aurantium* L. Constituants actifs, effets biologiques et méthodes d'extraction. Une revue actualisée (Sawssan Maksoud *et al.*, 2021).

### **VI. Applications courantes :**

- **Aromathérapie** : les HE peuvent être inhalées, diffusées, ajoutées au bain ou utilisées en massage, diluées dans une huile végétale.
- **Cosmétique** : elles sont incorporées dans la fabrication de crèmes, lotions, shampoings ou savons, grâce à leurs bienfaits pour la peau et les cheveux.
- **Alimentation** : certaines HE servent d'additifs naturels pour parfumer ou conserver les aliments. Cependant, leur usage par voie orale doit être strictement encadré, car toutes ne sont pas comestibles.
- **Entretien ménager** : certaines HE, comme celle de citron, sont utilisées comme désinfectants naturels pour nettoyer les surfaces.

- **Répulsifs naturels** : certaines huiles sont efficaces pour repousser les insectes (ex. : citronnelle, eucalyptus citronné). (National Association for Holistic Aromatherapy 2023)



Figure 10 : quelques utilisations des HE

#### IV. Propriétés des huiles essentielles :

##### IV.1. Propriétés physico-chimiques

Les huiles essentielles (HE) sont des substances volatiles et aromatiques obtenues principalement par distillation à la vapeur d'eau ou, dans certains cas, par expression à froid. Leurs propriétés physico-chimiques sont étroitement liées à leur composition moléculaire, qui varie selon l'espèce végétale, la méthode d'extraction utilisée et la qualité de la matière première. **Burt, (2004).**

Les principales caractéristiques physiques et propriétés fréquemment observées chez les huiles essentielles sont les suivantes :

- **Aspect visuel** : leur couleur peut s'étendre du jaune pâle au jaune foncé, voire présenter des teintes orangées, verdâtres ou bleutées, selon l'origine botanique.
- **Profil olfactif** : chaque HE dégage une odeur distinctive, pouvant être florale, boisée, herbacée, fruitée, épicée, mentholée ou douce.

- **Densité** : ces composés sont généralement peu denses et très volatils, avec une densité spécifique variant de 0,80 à 1,10 g/mL.
- **Solubilité** : elles sont insolubles dans l'eau mais présentent une bonne solubilité dans des solvants organiques tels que les alcools, les huiles végétales ou encore les éthers.
- **Point d'ébullition** : en raison de leur volatilité, le point d'ébullition des HE est relativement bas, oscillant entre 50 °C et 290 °C selon les constituants.
- **Activité antimicrobienne** : plusieurs HE présentent des propriétés biologiques intéressantes, notamment des effets antimicrobiens leur permettant d'inhiber ou de détruire certains micro-organismes pathogènes, tels que les bactéries, virus ou champignons. **Tisserand & Young (2014)**.

#### **IV.2. Les facteurs influençant la composition des HE :**

Selon **Olle et Bender, 2010** la composition chimique et le rendement en huiles essentielles varient suivant plusieurs conditions : l'environnement, le génotype, l'origine géographique, la période de récolte, le séchage, la température et la durée de séchage, les parasites, les virus et les mauvaises herbes. Les constituants chimiques des huiles essentielles peuvent être altérés durant le processus d'extraction, notamment en raison de la chaleur ou de leur interaction avec l'eau. En revanche, les huiles essentielles obtenues par expression à froid, méthode qui évite le contact avec le jus du fruit et limite les phénomènes d'oxydation, sont considérées comme les plus représentatives de l'essence naturelle de la plante. Malgré les nombreuses recherches menées sur les propriétés antimicrobiennes des huiles essentielles et de leurs constituants, leurs mécanismes d'action précis restent encore partiellement élucidés. Ces dernières années, l'attention s'est intensifiée autour des substances bioactives d'origine végétale, en raison de leur potentiel dans la lutte contre les micro-organismes pathogènes, notamment dans un contexte marqué par la montée en résistance aux antibiotiques (**M.Giney Trebouta 2024**)

#### **IV.3. Authenticité des huiles essentielles :**

La demande croissante en huiles essentielles, leur coût élevé ainsi que la rareté de certaines d'entre elles favorisent la pratique d'adultérations, souvent élaborées et difficiles à détecter. Afin de contourner les méthodes analytiques classiques, ces falsifications sont généralement réalisées à l'aide d'additifs introduits à faibles concentrations (généralement entre 5 et 8 %). L'authentification des huiles essentielles s'impose donc comme une étape essentielle pour garantir la sécurité des utilisateurs et assurer la protection des consommateurs (**Louisa Aribi-**

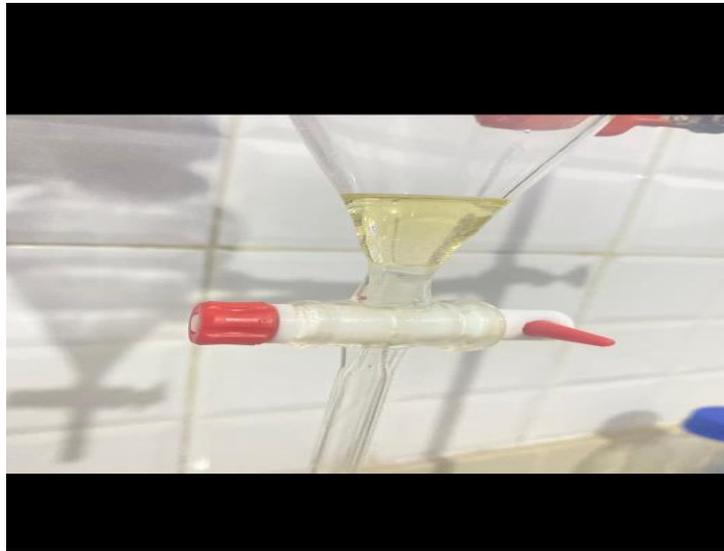
**Zouioueche 2024**). La détermination du ratio énantiomérique s'intègre progressivement dans les cadres réglementaires, à travers différentes législations telles que celles de la FDA ou de l'Union européenne, constituant ainsi un critère essentiel de conformité réglementaire. **(Règlement (CE) no 1334/2008)**. Au-delà des analyses physico-chimiques exigées par les pharmacopées et les réglementations en vigueur, l'identification des énantiomères requiert une chromatographie chirale permettant d'évaluer l'excès énantiomérique des principales composantes des huiles essentielles. L'usage de phases stationnaires chirales (PSC) s'avère particulièrement efficace, qu'elles soient mises en œuvre en phase gazeuse, liquide ou supercritique, et même couplées à des techniques avancées telles que la spectrométrie de masse ou la résonance magnétique nucléaire (RMN). L'analyse énantiomérique, à la fois qualitative et quantitative, constitue un outil précieux pour confirmer l'authenticité et retracer l'origine géographique des huiles essentielles **(Aribi-Zouioueche 2024)**.

Même en l'absence d'adultération, l'origine botanique et les caractéristiques naturelles d'une huile essentielle peuvent ne pas répondre aux seuils fixés par les normes réglementaires, entraînant ainsi une non-conformité vis-à-vis des spécifications de normalisation. La mise en place de protocoles analytiques pour le contrôle des énantiomères doit alors prendre en compte des critères tels que le coût, l'efficacité et la rapidité d'exécution. Les techniques d'analyse chirale connaissent une évolution constante vers davantage d'accessibilité, permettant aujourd'hui l'évaluation rapide de la qualité de mélanges complexes. En particulier, l'analyse post-chromatographique chirale de mélanges gazeux permet de détecter des traces de composés volatils chiraux avec une grande précision **(Bougas, et al ., 2022)**.

## **VI. Huile essentielle de *C. aurantium* :**

Les huiles essentielles de *C.aurantium* sont riches en composés bioactifs tels que le limonène, le linalol et le  $\beta$ -pinène, qui sont principalement responsables de leur forte activité antimicrobienne contre une large gamme de micro-organismes, incluant des bactéries, des champignons et des virus **(Fisher et al 2008 )**. Cette activité antimicrobienne à large spectre et hautement efficace présente un intérêt particulier pour la maîtrise des agents pathogènes et des microorganismes altérants dans les denrées alimentaires, faisant ainsi des huiles essentielles de *C. aurantium* un conservateur naturel prometteur pour l'industrie agroalimentaire. L'intégration de ces huiles essentielles dans les stratégies antimicrobiennes permet non seulement d'améliorer la sécurité et la conservation des aliments, mais aussi de proposer une approche durable face à la résistance microbienne. Par ailleurs, les huiles essentielles de *C. aurantium*

peuvent également être utilisées comme agents aromatisants dans l'industrie alimentaire, contribuant à la fois à la sécurité et à la qualité sensorielle des produits (Ines Ellouze 2024).



**Figure 11** : huile essentielle de *C.aurantium L* (photo originale 2025)

**Tableau 03** : Composition chimique de l'huile essentielle de *C.aurantium*  
<https://doi.org/10.3390/foods13193093>

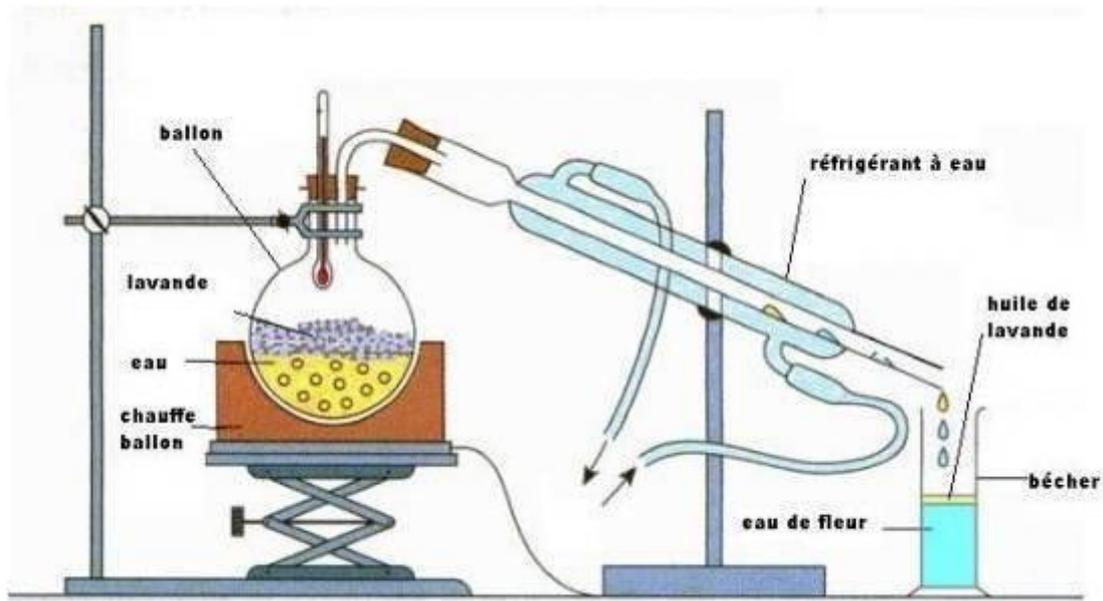
N°	Component <sup>1</sup>	LRI <sup>2</sup>	LRI <sup>3</sup>	EO1 <sup>4</sup>	EO2 <sup>5</sup>	EO3 <sup>6</sup>
1	$\alpha$ -pinene	938	942	0.1 $\pm$ 0.00	0.1 $\pm$ 0.01	0.1 $\pm$ 0.00
2	$\beta$ -thujene	971	968	0.1 $\pm$ 0.01	0.2 $\pm$ 0.01	0.2 $\pm$ 0.01
3	$\beta$ -pinene	966	970	1.1 $\pm$ 0.04	2.3 $\pm$ 0.02	1.4 $\pm$ 0.02
4	$\beta$ -myrcene	990	987	3.5 $\pm$ 0.05	2.2 $\pm$ 0.02	4.8 $\pm$ 0.05
5	$\alpha$ -phellandrene	1006	1003	0.1 $\pm$ 0.00	0.1 $\pm$ 0.00	0.1 $\pm$ 0.01
6	$\alpha$ -terpinene	1022	1019	-	0.1 $\pm$ 0.01	0.1 $\pm$ 0.02
7	<i>cis</i> - $\beta$ -ocimene	1007	1005	2.1 $\pm$ 0.02	2.5 $\pm$ 0.02	2.9 $\pm$ 0.03
8	$\alpha$ -terpinene	1017	1019	-	-	0.2 $\pm$ 0.01
9	<i>p</i> -cymene	1030	1026	-	0.1 $\pm$ 0.01	-
10	limonene	1035	1032	-	2.6 $\pm$ 0.04	-
11	<i>trans</i> - $\beta$ -ocimene	1051	1047	2.5 $\pm$ 0.03	1.6 $\pm$ 0.03	2.8 $\pm$ 0.04
12	$\gamma$ -terpinene	1066	1062	0.1 $\pm$ 0.01	0.1 $\pm$ 0.00	0.1 $\pm$ 0.01
13	terpinolene	1082	1084	0.3 $\pm$ 0.02	0.2 $\pm$ 0.02	-
14	linalool	1096	1098	45.0 $\pm$ 0.82	21.8 $\pm$ 0.21	38.6 $\pm$ 0.74
15	$\alpha$ -terpineol	1195	1198	8.1 $\pm$ 0.04	0.9 $\pm$ 0.03	3.8 $\pm$ 0.04
16	$\beta$ -citral	1238	1245	1.2 $\pm$ 0.02	-	-
17	linalyl acetate	1245	1252	25.1 $\pm$ 0.10	34.8 $\pm$ 0.74	36.1 $\pm$ 0.41
18	$\alpha$ -terpinyl acetate	1329	1333	0.1 $\pm$ 0.00	0.2 $\pm$ 0.01	0.1 $\pm$ 0.00
19	nerol acetate	1358	1363	3.5 $\pm$ 0.03	4.2 $\pm$ 0.02	2.9 $\pm$ 0.02
20	geranyl acetate	1361	1367	6.6 $\pm$ 0.05	6.5 $\pm$ 0.06	5.4 $\pm$ 0.05
21	$\beta$ -elemene	1379	1388	-	0.1 $\pm$ 0.01	-
22	$\beta$ -caryophyllene	1429	1435	0.5 $\pm$ 0.02	1.7 $\pm$ 0.04	0.2 $\pm$ 0.02
23	<i>trans</i> -bergamotene	1432	1439	-	0.9 $\pm$ 0.02	-
24	<i>trans</i> - $\beta$ -farnesene	1440	1443	Tr	4.4 $\pm$ 0.03	0.2 $\pm$ 0.01
25	$\alpha$ -farnesene	1499	1496	Tr	2.0 $\pm$ 0.02	0.1 $\pm$ 0.00
26	humulene	1503	1499	-	0.2 $\pm$ 0.01	-
27	$\beta$ -bisabolene	1506	1501	-	0.5 $\pm$ 0.02	-
28	$\beta$ -sesquiphellandrene	1517	1518	-	0.2 $\pm$ 0.02	-
29	$\delta$ -cadinene	1522	1520	Tr	-	-
30	<i>trans</i> - $\alpha$ -bisabolene	1537	1533	-	0.2 $\pm$ 0.02	-
31	nerolidol	1571	1565	-	9.3 $\pm$ 0.08	-
32	farnesol	1663	1658	-	0.1 $\pm$ 0.01	-
33	<i>trans</i> -farnesol	1726	1722	-	0.3 $\pm$ 0.02	-

## VII. Les techniques d'extraction des HE :

De nombreuses études scientifiques rapporte plusieurs techniques classiques pour extraire les huiles essentielles, de la pectine et des composés phénoliques à partir des écorces d'agrumes, parmi ces techniques figure l'extraction par solvants (**Aboudaou et al, 2018**), l'extraction à l'eau chaude (**Gedikoğlu et al ,2018**), l'extraction alcaline, l'extraction par résine ou encore l'extraction par fluide supercritique.

- **Hydrodistillation :**

Selon l'Association Française de Normalisation (**AFNOR**) et la pharmacopée européenne l'hydrodistillation est la méthode la plus indiquée pour l'extraction d'une huile essentielle et le contrôle de sa qualité (**Selles, 2012**). Cette méthode consiste à plonger directement le matériel végétal, qu'il soit entier ou préalablement broyé, dans un alambic rempli d'eau portée ensuite à ébullition. Les vapeurs résultantes, de nature hétérogène, sont condensées sur une surface froide, permettant la séparation de l'huile essentielle par différence de densité (**Bruneton, 2009**).



**Figure 12 :** Extraction d'HE par Hydrodistillation

- **Hydrodiffusion :**

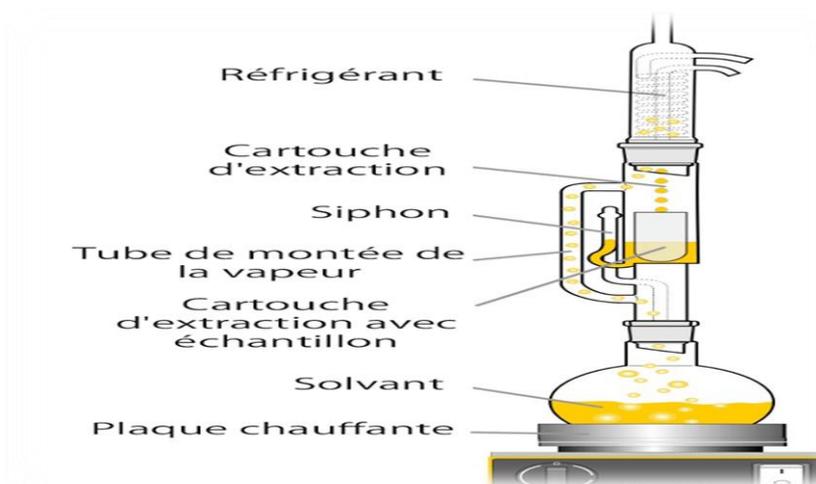
Dans cette technique, la vapeur d'eau est injectée à travers la biomasse végétale dans un mouvement descendant, c'est-à-dire de haut en bas. Ce flux de vapeur traverse ainsi la matière végétale dans une direction opposée à celle des méthodes classiques de distillation, où la vapeur circule de bas en haut (Chemat, 2009).

- **Expression à froid :**

Ce procédé est simple dans sa mise en œuvre, est spécifique aux agrumes dont l'écorce renferme des poches sécrétrices d'huiles essentielles. Il repose sur la rupture mécanique de ces poches. L'huile essentielle est ensuite extraite par décantation ou centrifugation. Certaines machines utilisent une rupture par dépression, permettant la collecte directe de l'huile essentielle et évitant ainsi les altérations liées au contact avec l'eau. Le produit obtenu par ce procédé est désigné sous le terme d'essence (Roux, 2008).

- **L'extraction par solvants**

Cette technique est utilisée pour les plantes fragiles qui sont plongées dans une préparation chimique provoquant la dissolution des substances aromatiques. Après séparation du solvant par distillation, le produit doit être dissout avec de l'alcool (**Lardry et Haberkorn, 2007**).

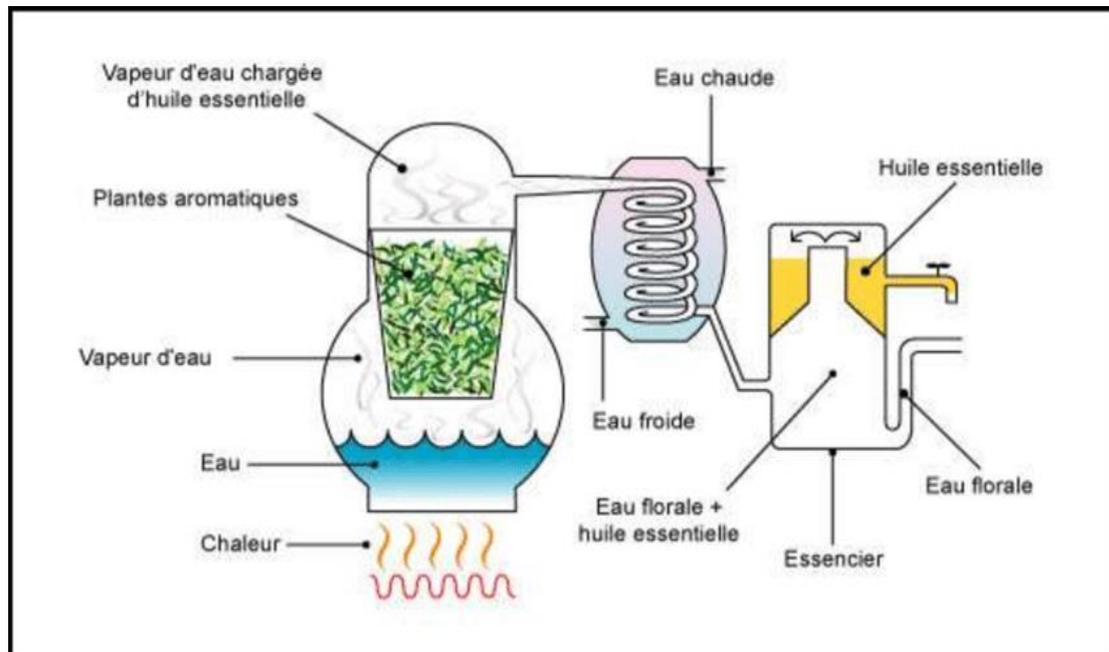


**Figure 13** : extraction d'HE par solvant organique

- **La distillation par entraînement à la vapeur**

Cette méthode figure parmi les procédés officiels d'extraction des huiles essentielles. Le matériel végétal est placé dans un alambic sur une grille perforée, suspendue au-dessus du niveau d'eau bouillante. Ainsi, la plante est exposée à la vapeur d'eau saturée sans contact direct avec l'eau en ébullition. La vapeur provoque la rupture de nombreuses glandes sécrétrices, libérant ainsi les composés aromatiques. Ces huiles essentielles diffusent à travers le végétal et entrent en contact avec la vapeur circulante. Les vapeurs chargées en composés volatils sont ensuite condensées puis séparées par décantation. En raison de leur différence de densité, l'huile essentielle et l'eau forment deux phases distinctes, permettant la récupération aisée des huiles essentielles (**Bouras, 2018**). Cette technique évite des réactions lors du contact des composants des huiles essentielles avec l'eau conduisant à des changements dans la composition finale de l'extrait. Par ailleurs, cette méthode est particulièrement efficace pour extraire les huiles essentielles présentes dans les glandes situées à la surface du matériel végétal. En revanche, la distillation à la vapeur des huiles essentielles localisées en profondeur nécessite un temps plus

long ainsi qu'un apport accru de vapeur comparativement à celle des huiles essentielles superficielles



**Figure 14 :** Extraction d'HE par entrainement à la vapeur d'eau

### **VIII. Toxicité des huiles essentielles :**

D'après la confédération de Suisse certaines substances naturelles peuvent présenter des effets néfastes pour l'homme au même titre que certaines substances de synthèse. Les huiles essentielles contenant surtout des phénols et des aldéhydes peuvent irriter la peau, les yeux et les muqueuses. (benzeggouta. 2005.)

### **XI. Conservation des huiles essentielles :**

Les huiles essentielles de qualité peuvent se conserver pendant plusieurs années, à condition de respecter des modalités de stockage précises. Certaines d'entre elles gagnent même en maturité au fil du temps, à l'exception notable de celles issues des écorces d'agrumes, qui ont tendance à se dégrader plus rapidement. En raison de leur nature sensible, les huiles essentielles sont sujettes à l'altération lorsqu'elles sont exposées à des conditions défavorables. Il est donc

recommandé de les conserver dans leurs flacons d'origine, en verre, hermétiquement fermés. Des normes strictes encadrent leur conditionnement, leur stockage et leur étiquetage, notamment les normes **AFNOR NF T 75-001 (1996)** pour l'emballage et **NF T 75-002 (1996)** **ISO 210 (2023)** pour le marquage des contenants. Il est essentiel de les entreposer dans un lieu frais, à l'abri de la lumière et de toute source de chaleur. Étant donné leur caractère volatil, il convient de refermer soigneusement les flacons après chaque utilisation. De plus, il est déconseillé de les coucher afin d'éviter un contact prolongé entre l'huile et le compte-gouttes en plastique, en raison de leur potentiel effet corrosif sur ce matériau. (*Jouault, 2012*)

# **Partie expérimentale**

➤ **Objectif de l'étude :**

Notre étude est réalisée au niveau du laboratoire régional control de la qualité et répression des fraudes de Constantine, le centre de recherches des sciences pharmaceutique, Laboratoire de contrôle de qualité et de la conformité Lachter, dans le but de la réalisation d'une étude physicochimique, screening phytochimique et l'activité biologique de l'HE de *Citrus aurantium* L.

**I. Matériel et méthodes :**

**I. 1. Matériel non biologique :**

**Appareillage :**

Pour réaliser notre étude nous avons utilisé un ensemble d'appareillage, réactifs, produits chimique, des milieux de culture et de verreries comme :

- Bain thermostatique,
- Balance analytique, précise à 0,001 g près.
- Ballon, de 100 ml de capacité.
- Burettes graduées
- Dispositif de filtration appropriée
- Dispositif, permettant de maintenir la température à  $20\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ .
- Eprouvette graduée
- Éprouvette ou fiole, de 25 ml ou 30 ml de capacité, munie d'un bouchon inattaquable par l'éthanol et par l'huile essentielle à examiner.
- Eprouvettes graduées
- Etuves.
- Fioles coniques.
- Pipettes et micropipettes
- Pycnomètre en verre
- Réfractomètre,
- Source lumineuse, lampe à vapeur de sodium.
- spectrophotomètre
- Thermomètre de précision étalonné, gradué en  $0,2\text{ °C}$  ou  $0,1\text{ °C}$ , permettant de contrôler la température du dispositif
- Thermostat, ou tout autre dispositif permettant la stabilisation de la température

## I. 2. Matériel biologique :

### I.2.1. Description de la plante :

➤ *Citrus aurantium* L.

Citrus appartient au genre de la famille des *Rutaceae*, comprend plusieurs espèces de différentes tailles et formes, communément appelées citrons, limes, oranges, mandarines, et pamplemousses. (Putnik, 2017).

*Citrus aurantium* L, également nommée la bigarade, orange amère, orange de Séville, est un arbre à feuilles persistantes qui peut atteindre 5 mètres de haut. Réputé pour ses fleurs blanches parfumées, il serait originaire d'Afrique de l'Est et de Syrie et cultivé aux États-Unis, en Espagne et en Italie. (Mannucci et al., 2018,)

➤ Huile essentielle :

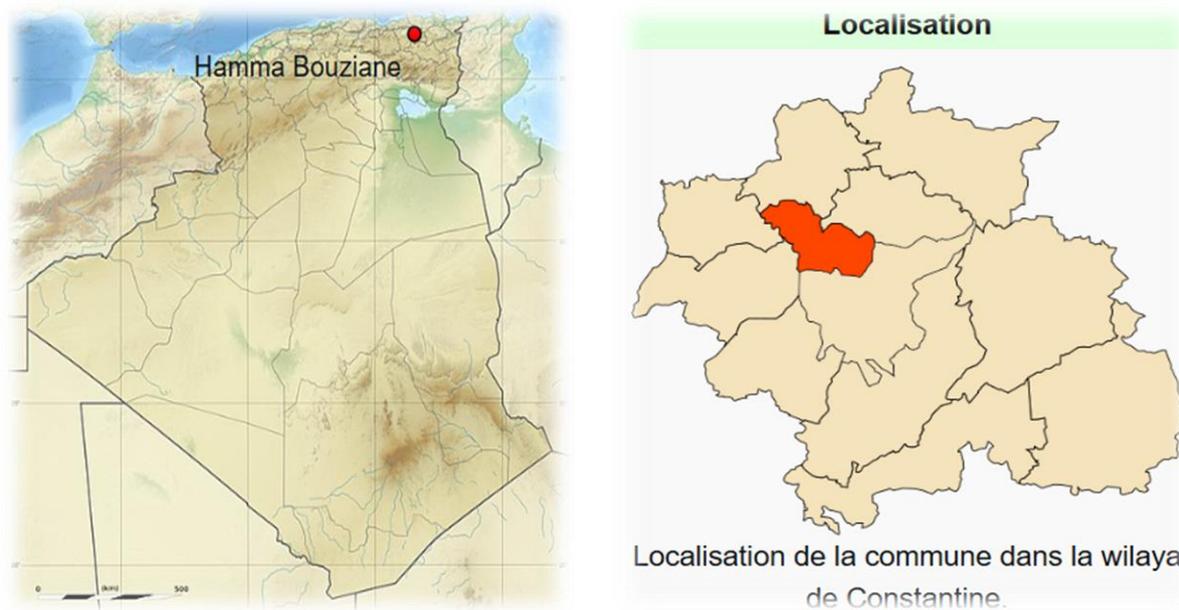
HE obtenue par entraînement à la vapeur des écorces de *C. aurantium* L.



**Figure 15** : arbre de la plante *Citrus aurantium* L (photo originale 2025)

### I.2.2. Présentation de la zone de récolte :

La commune de Hamma Bouziane se situe dans la wilaya de Constantine, précisément au Nord-Est de l'Algérie. Elle se localise à une latitude de 36.4506° Nord et une longitude de 6.6245° Est, avec une altitude moyenne de 605 mètres. Elle se trouve à environ 3,5 km au sud-ouest de la ville de Constantine. (Figure 16)



**Figure 16** : Localisation géographique de la région de collecte de *C. aurantium L.*

[Hamma Bouziane — Wikipédia](#)

#### ➤ Conditions climatiques :

La commune de Hamma Bouziane bénéficie d'un climat méditerranéen tempéré, caractérisé par des étés chauds et secs, conformément à la classification de Köppen-Geiger (type Csa). La température moyenne annuelle y est d'environ 15,3°C, tandis que les précipitations moyennes atteignent 501,7 mm par an.

#### ➤ Récolte de la plante :

Les fruits récoltés étaient bien murs sans aucun signe de blessure ou d'infection. L'échantillonnage a été récolté manuellement, au hasard, dans les mêmes champs de *Mm Koutchoukali* durant la fin du mois de Février 2025. Une quantité de 10 kg de l'espèce *Citrus aurantium L.* est obtenu à la fin de la récolte.



**Figure 17** : le fruit de la plante *Citrus aurantium L* (photo originale 2025)

### **I.3. Extraction de l'HE par entrainement à la vapeur :**

L'orange amère utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle a préalablement subi un lavage, une élimination des taches et un essuyage. L'extraction est faite par un montage d'entrainement à la vapeur d'eau, la matière végétale constitue d'écorce épluchée (une quantité de 5kg) est introduite dans un alambic de 25 L contenant le solvant d'extraction (eau distillée). L'ensemble est porté à l'ébullition pendant 5 heures.



**Figure 18 :** Dispositif utilisé pour l'extraction de l'HE (photo originale 2025)

➤ **Principe d'extraction de l'huile essentielle :**

L'extraction de l'huile essentielle à partir de l'écorce du bigaradier frais a été effectuée par la méthode d'entraînement à la vapeur d'eau décrite par **Lucchesi, (2005)**. La méthode ne met pas l'eau et la matière végétale à traiter en contact direct. 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 « hydrolat+ 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 19 :** entraînement à la vapeur de l'épluchure de *Citrus aurantium* L (photo originale)

➤ **Les propriétés organoleptiques de l'HE :**

Cette étape est effectuée au sein du laboratoire régional de Contrôle de la qualité et de la conformité et répression des fraudes de Constantine, centre de recherche des sciences pharmaceutiques de Constantine elle consiste à :

Vérifier les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur, Saveur) , en s'appuyant sur la norme internationale **ISO 9844 , ISO 3517, ISO 3064.**

**I.4. Screening phytochimique :**

Le screening phytochimique permet de mettre en évidence la présence des familles de molécules actives, c'est une étude qualitative utilisée pour connaître la composition chimique des extraits.

➤ **Extraction en poudre :**

L'extraction a été réalisée par macération à froid de la plante (température ambiante), en utilisant du méthanol à 70 %, considéré comme l'un des solvants les plus efficaces pour l'extraction des composés phénoliques. Ce solvant présente également l'avantage d'une élimination facile en fin de procédé. **Mansouri et Keddar, (2022) , Ribéreau-Gayon, (1972).** 10 g de poudre végétale a été mis en contact avec 100 ml d'un mélange de solvants composé de 70 % de méthanol et de 30 % d'eau distillée. L'extraction a été réalisée sous agitation douce pendant 24 heures, afin de favoriser l'extraction maximale des composés bioactifs. L'agitation permet de maintenir une suspension homogène et d'optimiser les échanges entre la phase solide et la phase liquide. Le solvant pénètre progressivement dans les cellules végétales, entraînant leur gonflement et la rupture des liaisons de faible énergie, ce qui favorise la libération et la diffusion des composés extractibles dans le solvant. **(Royer et al., 2010).** La solution obtenue est filtrée à l'aide d'un papier filtre Whatman IDL Ø 240 mm, puis évaporée à sec sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif (Rotavapor) à une température de 40 °C afin d'éliminer le méthanol. Le résidu est ensuite séché dans une étuve à 45 °C. Les extraits secs ainsi obtenus sont pesés, conditionnés sous forme solide dans des flacons en verre hermétiquement fermés, correctement étiquetés, protégés de la lumière et conservés au réfrigérateur.

Calcul du rendement : Nous avons déterminé le rendement en extrait sec des écorces de *Citrus aurantium*, et calculé le rapport selon la formule suivante :

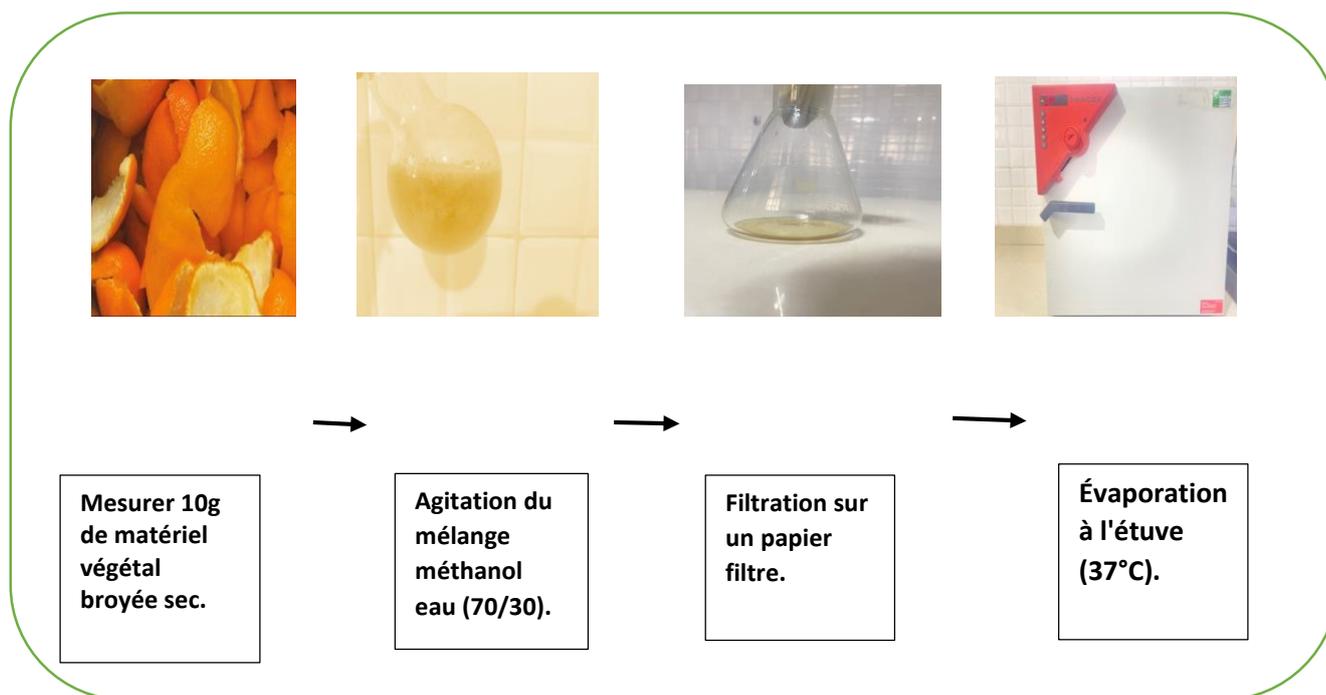
$$\text{Rdt}\% = [(P_1 - P_2) / P_3 \times 100]$$

**Rdt** : Rendement (en %).

**P1**: poids du ballon après évaporation.

**P2**: poids du ballon avant évaporation.

**P3** : poids de la matière végétale initiale.



**Figure 20** : préparation de l'extrait hydro-méthanolique (photo originale 2025)

#### ❖ Recherche des polyphénols :

Cette technique est basée sur une réaction au chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3$ ). Dans un tube à essai ajouter 2 ml de l'extrait, une goutte de solution alcoolique de chlorure ferrique à 2%. L'apparition d'une coloration bleu noirâtre ou verte plus ou moins foncée fut le signe de la présence des polyphénols (Békro *et al.* 2007)

#### ❖ Recherche des saponines :( test de mousse)

Dans un tube à essai, introduire 2ml de l'extrait à analyser, ajouter 2ml d'eau distillée chaude, agiter pendant 15 secondes puis laisser reposer pendant 15min. Une hauteur supérieure à 1 cm d'un mousse indique la présence des saponines (Harborne, 1998).

❖ **Recherche des alcaloïdes :**

Ajouter 1 ml de l'extrait à analyser dans un tube à essai puis ajouter 5 gouttes de réactif de Wagner, l'apparition d'un précipité orange révèle la présence des alcaloïdes (*Trease et Evans, 1989; Harborne, 1998*).

❖ **Recherche des composés réducteurs (les glycosides) :**

Ajouter 1 ml d'extrait, 2 ml d'eau distillée et 20 gouttes de liqueur de Fehling est chauffé à 90°C dans un bain marie, un test positif est révélé par la formation d'un précipité rouge brique (*Trease et Evans, 1987*).

❖ **Recherche des quinones libres :**

Sur un volume de chacun de nos extraits, on ajoute quelques gouttes de NaOH 1%. L'apparition d'une couleur qui vire au jaune, rouge ou violet indique la présence des quinones libres (*Oloyde, 2005*).

❖ **Recherche des anthraquinones :**

Ajouter 10 ml d'extrait ,5 ml de NH<sub>4</sub>OH à (10%), agiter soigneusement. L'apparition d'un anneau rouge indique la présence d'anthraquinones (*Oloyede, 2005*).

❖ **Recherche des Flavonoïdes**

Préparation des dilutions du NaOH et de l'HCl : Dilution de NaOH : dissoudre 0.5g de NaOH dans 5ml d'eau. Dilution de HCl : dissoudre 1ml d'HCl dans 2ml d'eau. Le test de l'hydroxyde de sodium pour les flavonoïdes : 2ml de l'extrait + 0.5 ml NaOH diluée suivie par l'addition de 0.5 ml HCl diluée. La formation d'une solution jaune avec le NaOH diluée qui se décolore avec l'HCl diluée est une indication de la présence de flavonoïdes (*Usman et al., 2009*)



**Figure 21** : réactifs utilisés pour le screening phytochimique (photo originale 2025)

## 1.5. Analyse de l'extrait méthanolique :

### 1.5.1. Dosage des composés phénoliques totaux :

Le Principe du dosage des polyphénols totaux de l'extrait méthanolique sont déterminés par la méthode Folin-Ciocalteu. Cette méthode est basée sur la quantification de la concentration totale des groupes hydroxyles présents dans l'extrait. Dans des conditions alcalines, le réactif de Folin-Ciocalteu oxyde les phénols en ions phénolates et réduit partiellement ses hétéropolyacides, ce qui entraîne la formation d'un complexe bleu (Saber, 2022).

#### ➤ Mode opératoire

La teneur en polyphénols totaux est déterminée en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965) selon une méthode de dosage décrite par Muller *et al.*, (2010). Une quantité de 20 µl d'échantillon a été ajoutée à 100 µl de solution de Folin-Ciocalteu (1:10) et 75 µl de solution de Na<sub>2</sub> CO<sub>3</sub> à 7,5 % ont ensuite été ajoutés, la solution a été incubée pendant 2 heures dans l'obscurité. L'absorbance de la solution d'échantillon a été mesurée à l'aide d'un lecteur de microplaques à une longueur d'onde maximale de 765 nm.

### 1.5.2. Dosage des flavonoïdes

Le principe du dosage des flavonoïdes est basé sur la propriété de ces composés à chélater les ions aluminium. En présence de chlorure d'aluminium, un complexe flavonoïdes-Al peut se former entre les ions Al et les atomes d'oxygène des carbones 4 et 5 des flavonoïdes. La coloration jaune ainsi produite est proportionnelle à la concentration de flavonoïdes contenu dans l'extrait (Slimani, 2010) et présente une absorbance maximale à 455 nm (Guendouze, 2017)

#### ➤ Mode opératoire

Nous avons adapté le protocole utilisé par Guendouze *et al.*, (2015), basé sur la méthode de Lamaison et Carnet (1990) pour la détermination des flavonoïdes totaux. Un volume de 100 µL d'échantillon a été mélangé à 100 µL de solution méthanolique de chlorure d'aluminium (0,1 M). Après 10 minutes d'incubation à l'obscurité, l'absorbance a été mesurée à 455 nm .

## **I.6. Analyses physicochimique de l'huile essentielle de *C. aurantium* :**

### **I.6.1. Détermination de l'indice d'acide : ISO 1242**

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 g d'huile essentielle. Son principe se base sur la neutralisation des acides libres par une solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium

#### **➤ Mode opératoire :**

Peser environ 2g de l'échantillon pour essai puis l'introduirai dans le ballon ou l'erlenmeyer , ajouter 5 ml d'éthanol neutralisé 95% et 5 gouttes au maximum d'indicateur 2%, soit la solution de phénolphtaléine soit la solution de rouge de phénol. Titrer le liquide avec la solution d'hydroxyde de potassium  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , contenue dans la burette.



**Figure 22 : Détermination de l'indice d'acide (photo originale 2025)**

### **I.6.2. Détermination de l'indice de réfraction à 20 °C : ISO 280**

L'indice de réfraction est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

### ➤ Mode opératoire

La préparation de l'échantillon en vue de l'analyse par réfractométrie nécessite de le porter préalablement à une température de 20 °C, pour assurer la fiabilité des mesures. Le réfractomètre doit être étalonné à l'aide des substances étalons aux indices de réfraction connus à cette même température, notamment l'eau distillée ( $n = 1,3330$ ) et le bromo-1-naphtalène ( $n = 1,6585$ ). Il est impératif de s'assurer que l'appareil est maintenu à une température constante de 20 °C, identique à celle de l'échantillon, condition essentielle pour garantir la précision et la reproductibilité des résultats.

NOTE : La variation de température doit rester dans les limites de  $\pm 0,2$  °C de la température de référence pendant la durée de l'essai.



**Figure 23** : réfractomètres (photo originale 2025)

### I.6.3. Évaluation de la miscibilité à l'éthanol : ISO 875.

La miscibilité d'une huile essentielle dans l'éthanol est évaluée à 20 °C, son principe se base sur l'addition graduelle d'une solution d'éthanol de titre alcoométrique convenable en observant la limpidité du mélange qui peut être totale, partielle ou accompagnée d'un trouble ou d'une opalescence, selon le volume d'éthanol ajouté. Ces comportements permettent de qualifier la solubilité de l'huile dans l'éthanol et constituent un critère important dans son évaluation physico-chimique.

### ➤ Classification de la miscibilité

Une huile essentielle est considérée comme **miscible à V volumes ou plus d'éthanol** (de titre alcoométrique déterminé) lorsque le mélange de 1 volume de l'huile essentielle avec V volumes d'éthanol donne une solution limpide, qui demeure claire même après l'ajout progressif d'éthanol jusqu'à un total de 20 volumes.

Elle est qualifiée de miscible à  $V$  volumes d'éthanol, avec apparition de trouble à  $V'$  volumes, lorsque le mélange initial avec  $V$  volumes d'éthanol est limpide, mais devient trouble après ajout progressif de  $(V' - V)$  volumes supplémentaires du même éthanol, et ce trouble persiste jusqu'à l'addition finale portant le total à 20 volumes. On parle de miscibilité avec trouble transitoire entre  $V'$  et  $V''$  volumes, lorsque la solution, initialement limpide à  $V$  volumes, devient trouble après ajout de  $(V' - V)$  volumes d'éthanol, puis retrouve sa limpidité après ajout complémentaire de  $(V'' - V')$  volumes supplémentaires.

➤ **Mode opératoire**

À l'aide d'une pipette introduire dans l'éprouvette ou dans la fiole, 1 ml d'huile essentielle, puis la placer et son contenu dans le dispositif maintenu à une température de  $20\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ . Ajouter, à l'aide de la burette un mélange hydroéthanolique de titre alcoométrique déterminé à 50 %, 55 %, 60 %, 65 %, 70 %, 75 %, 80 %, 85 %, 90 % et 95 % (fraction volumique) d'éthanol sont normalement utilisés. Préalablement amené à une température de  $20\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ , par fractions de 0,1 ml, jusqu'à miscibilité complète, en agitant énergiquement après chaque addition. Lorsque le mélange est parfaitement limpide, noter le volume du mélange hydroéthanolique utilisé. Poursuivre l'addition du mélange hydroéthanolique, par fractions de 0,1 ml, jusqu'à un total de 20 ml, en agitant après chaque addition.

#### **I.6.4. Détermination de la densité relative à 20 °C : ISO 279**

La densité relative à 20 °C, est le rapport de la masse d'un certain volume d'une huile essentielle à 20 °C, à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20 °C. La densité absolue à 20 °C d'une huile essentielle est, le rapport de la masse d'un certain volume de cette huile à 20 °C, à ce volume. Son principe est basé sur les pesées successives de volumes égaux d'huile essentielle et d'eau, à la température de 20 °C à l'aide d'un pycnomètre. Cette grandeur est exprimée en grammes par millilitre.

➤ **Mode opératoire :**

Préparation du pycnomètre en le nettoyant soigneusement et le rincer successivement au moyen d'éthanol puis d'acétone, et sécher l'intérieur en y faisant passer un courant d'air sec puis essuyer l'extérieur du pycnomètre avec un chiffon sec ou un papier absorbant. Lorsque l'équilibre de

température avec la salle des balances est réalisé, peser le pycnomètre muni de son bouchon. Peser de l'eau distillée en remplissant le pycnomètre par l'eau distillée.

Effectuer les mêmes opérations précédentes en remplaçant l'eau distillée par l'échantillon pour essai (huile essentielle de *Citrus aurantium* L.)

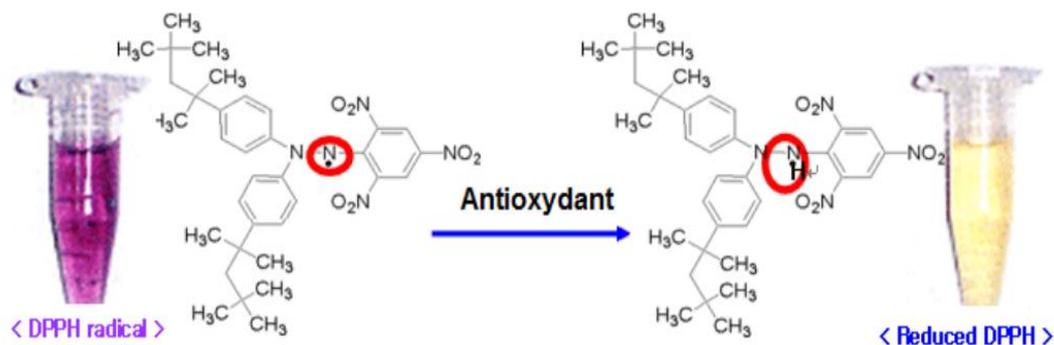


**Figure 24** : mesure de la densité relative à 20 C (photo originale 2025)

### 1.7. Test de Piégeage du radical libre 2,2- diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH)

#### Principe :

Dans cette étude, le test de piégeage du radical DPPH a été utilisé pour évaluer l'activité antioxydante in vitro de notre HE. Cette méthode est largement reconnue pour évaluer l'activité antioxydante (Benabdallah, 2017). Dans ce test, les antioxydants réduisent le diphényl picrylhydrazyl, qui présente une coloration violette, en un composé jaune, dont l'intensité colorimétrique est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à céder des protons (Talbi et al., 2015)



**Figure 25** : Réaction de réduction du DPPH en présence d'un antioxydant (Benabdallah, 2017).

### Mode opératoire

L'activité anti-radicalaire libre est déterminée par spectrophotométrie par le dosage du DPPH (Blois 1958), l'acide ascorbique a été utilisé comme standard antioxydant. L'essai a été réalisé en mélangeant **160 µL de la solution de DPPH (0,15 mM)** avec **40 µL d'extrait d'HE**, suivi d'une incubation de 30 minutes à température ambiante et à l'obscurité. La lecture de l'absorbance a été effectuée à 517 nm .

L'activité anti radicalaire est estimée, en calculant le pourcentage d'intuition :

$$PI\% = \frac{[(Abs\ contrôle - Abs\ HE) / Abs\ contrôle] \times 100}{}$$

Pour évaluer cette activité, une gamme des dilutions a été préparée pour l'HE, allant de 0 à 2 mg/ml. Les différentes densités optiques ont permis de tracer une courbe d'allure exponentielle, permettant d'avoir une idée sur la relation entre le pourcentage d'inhibition et la concentration de l'HE dans le milieu réactionnel.

#### 1.7.1. Calcul des IC50

La concentration de l'échantillon nécessaire pour réduire 50 % du radical DPPH est appelée IC50 (concentration inhibitrice de 50 %), L'IC50 est calculée graphiquement en utilisant les pourcentages d'inhibition en fonction de différentes concentrations d'HE testés (Torres, 2006). L'acide ascorbique est utilisé comme contrôle positif.

### III Résultats et discussion :

#### III .1. Rendement moyen de l'huile essentielle :

Les rendements de l'huile essentielle résultant de l'entraînement à la vapeur d'eau, a été calculés en fonction de la matière végétale de l'écorce (épluchure) de l'orange amère *Citrus aurantium* L utilisées dans l'extraction.

Le rendement d'extraction exprimé en pourcentage, est calculé par le rapport de la quantité d'HE extraite sur la quantité de la plante. Le résultat de calcul de rendement obtenu est présenté dans le tableau (04).

**Tableau 04** : rendement en huile essentielle de *Citrus aurantium* L

Méthodes d'extraction	Masse de la plante sèche (g)	Masse d'HE (g)	Rendements (%)
Entrainement à la vapeur d'eau	5000	10,955	0,23



**Figure26** : rendement de l'extraction de l'épluchure de bigaradier (photo originale 2025)

Le rendement obtenu en huile essentielle de *C. aurantium* est de 0,23%. Par comparaison aux autres études qui ont été faites sur les huiles essentielles extraites à partir de l'écorce de la même espèce du *Citrus aurantium*, le résultat obtenu dans notre étude 0,23% est légèrement inférieur à celui de **Esraa et al., (2024)** (0,4%) et celui obtenu par **Djenane, (2015)** (0,60%). Ce rendement est presque similaire aux études de **Jeannot et al., (2005)** ces derniers ont constaté des rendements de 0.25 % à 0.57%.

Selon **Rega et al., (2003)**, **Hellal, (2011)**, le rendement diffère chez les Citrus selon les espèces, et ils ont trouvé des rendements entre 1 et 3 % . Contrairement à **Hellal, (2011)** et **Drareni, (2013)** qui ont signalé une moyenne de rendement allant de 0,4 à 0,6. Cela peut être expliquée par plusieurs facteurs tel que la méthode d'extraction utilisée, l'extrait final correspond à la concentration des composés présents dans la matière première, les différents paramètres comme les méthodes d'extraction, l'origine géographique, le climat, le sol et la période de récolte ou bien encore les pratiques agricoles qui peuvent influencer directement la composition chimique et donc le rendement de l'huile essentielle obtenue (**Boukhatem et al., 2019**) (**Djenane, 2015**).

### III.2. Caractéristiques organoleptiques

L'huile essentielle d'écorce de *C. aurantium L* présente un aspect liquide de couleur jaune pâle avec une odeur fraîche, ses propriétés organoleptiques n'ont pas changé et ont resté stables durant les deux mois de conservation à température ambiante et à l'obscurité. Les résultats des caractères organoleptiques de l'HE de l'écorce de *C. aurantium L* sont conformes à la norme internationale **ISO 9844- 2006 (Tableau05)**.

**Tableau 05:** caractéristiques organoleptiques de l'HE de *C. aurantium L*

Plante	Couleur	Aspect	Odeur	Rendement (%)	Photo (Personnelle)
<i>C. aurantium L.</i>	Jaune pâle	Liquide	Fraiche, caractéristique à la partie extérieure de l'orange amère	0.23	

### III.3. Screening phytochimique :

#### III.3.1. Rendement de l'extrait hydro-méthanolique :

Préparation des épluchures de la plante *C. aurantium* L par macération à froid en utilisant une solution hydro-méthanolique durant (24h) à l'obscurité et une température ambiante. Le rendement d'extraction des épluchures de *C. aurantium* L a été calculé à partir de la masse de l'extrait avant et après évaporation par rapport à 100g de poudre végétale. Les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau (06)

**Tableau 06 :** Rendement de l'extrait hydro-méthanolique

Extrait	Aspect	Couleur	Rendement %
Epluchure de <i>Citrus aurantium</i> L	Poudreux	Brun orangé	<b>18,2</b>

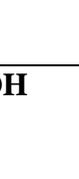
Le taux du rendement de l'extrait réalisé à partir d'écorce de *C. aurantium* obtenu dans notre étude est 18,2 similaire de celui rapporté par **Ziaur et al., (2006)**, qui ont testé l'effet de plusieurs solvants d'extraction sur l'écorce de la bigarade et ont montré que la quantité maximale d'extrait d'écorce estimée à 19,87 % a été repérée dans l'extrait méthanolique et 15% dans l'acétone, ce qui est très proche de notre résultat. Parmi les recherches réalisées sur *C. aurantium*, (**Sharma et al. 2021**) ont eu recours à la technique de macération pour extraire les composés bioactifs des fleurs de cette plante. Leur étude, ayant abouti à un rendement de 15,33 %. En revanche, les travaux menés par **Xie et al., (2024)** ont montré qu'une extraction au méthanol permettait d'obtenir un rendement de 35 % en composés polaires, un résultat nettement supérieur à celui obtenu dans notre étude.

#### III.3.2. Analyses qualitatives des composés phytochimiques :

Les tests ont été réalisés sur la poudre des épluchures et l'extrait de *C. aurantium* L. Ces tests permettent de détecter les différentes familles de composés présents dans la plante à travers des réactions qualitatives de caractérisation. Les résultats des réactions reposent sur l'utilisation de réactifs spécifiques. Le changement de couleur visibles ou la formation d'un précipité permet

la détermination de la présence (+) ou l'absence (-) de composants actifs particuliers (**Kholkhal et al., 2013**). Les résultats du screening chimique de la plante, se représentent dans le tableau 7

**Tableau 07:** résultats du screening phytochimique

<b>Métabolites secondaires</b>	<b>Types d'extraction</b>	<b>Réactifs</b>	<b>Résultats</b>	<b>Observations</b>
<b>Recherche des polyphénols</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>chlorure ferrique à 2%</b>	+	
<b>Recherche des saponines</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>eau distillée chaude</b>	-	
<b>Recherche des alcaloïdes</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>Réactif de Wagner</b>	-	
<b>Recherche des composés réducteurs (les glycosides)</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>liqueur de Fehlinge</b>	+	
<b>Recherche des quinones libres</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>NaOH 1%.</b>	+	
<b>Recherche des anthraquinones</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>NaOH 10%.</b>	+	
<b>Recherche des Flavonoïdes</b>	Extrait hydro-méthanolique	<b>NaOH HCl</b>	+	

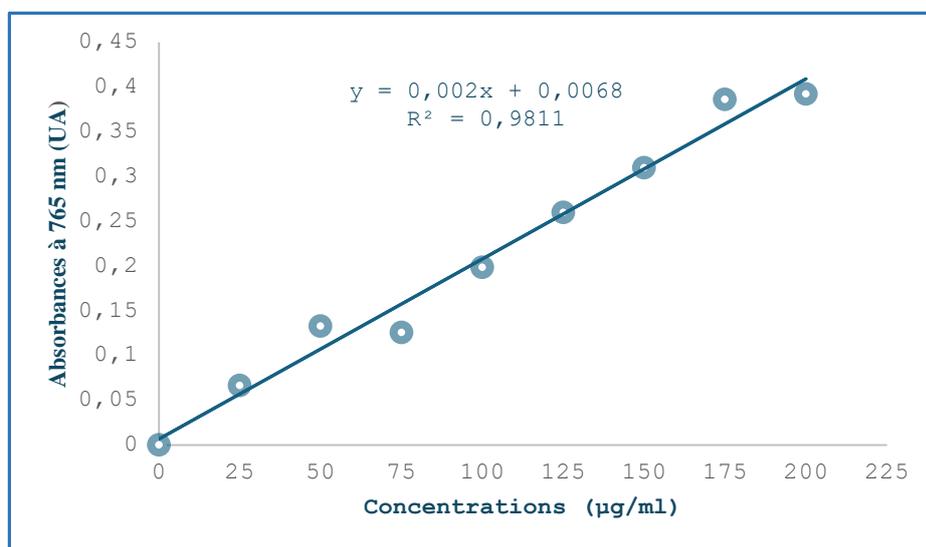
(-) : Absence, (+) : Présence

L'analyse phytochimique qualitative de l'écorce de *Citrus aurantium* L. a mis en évidence la présence de plusieurs familles de métabolites secondaires, notamment les polyphénols, les flavonoïdes, les glycosides, les anthraquinones et les quinones libres, tandis que les alcaloïdes et les saponines étaient absents.

Ces résultats sont d'accords avec les résultats obtenus par **Almeida *et al.* (2022)** ; **Santos *et al.* (2023)**, qui ont montré la richesse de l'épluchure de Bigaradier en polyphénol, glycoside, quinones libres, anthraquinone .Quand a les alcaloïdes et les saponines sont absents. Nos résultats sont similaires à l'étude d'**Ouldyerou *et al.* (2020)** sauf en anthraquinones qui sont absents dans leurs plantes. La présence de ce composant précédents due à son rôle important dans la plante, dont il est considéré comme métabolite secondaire apparait en réponse au stress environnemental ou pour assurer un mécanisme de défense aux agressions provoquant des maladies chez les végétaux.

### III.3.3. Dosage des polyphénols totaux :

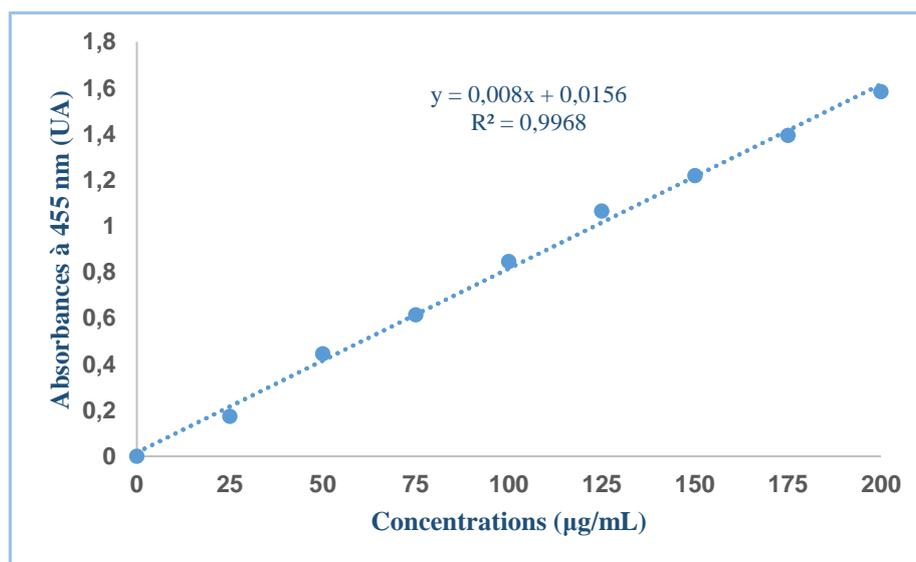
La teneur en polyphénols totaux est estimée à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide gallique (0-200 µg/ml) et est exprimée en µg d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extrait (µg EAG/mg d'extrait) (**Figure29**)



**Figure 27** : Courbe d'étalonnage du dosage des polyphénols totaux.

### III.3.4. Dosage des flavonoïdes :

La teneur en flavonoïdes d'extrait a été déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec la quercétine établie avec des concentrations précises quercitrine (0-200) utilisé comme standard de référence (**Figure.28**). Les résultats sont exprimés en microgramme d'équivalent quercétine par milligramme d'extrait (mg EQ/ mg d'extrait).



**Figure 28** : Courbe d'étalonnage de dosage des flavonoïdes.

Les composés phénoliques sont considérés comme des métabolites secondaires omniprésents dans les plantes. Les flavonoïdes sont naturellement présents dans les plantes et sont considérés comme ayant des effets positifs sur la santé humaine (**Hendel et al., 2024**). Le tableau 8 révèle la concentration en polyphénols et en flavonoïdes de l'huile essentielle étudiée.

**Tableau 08**: Résultats des teneurs en substances phytochimiques dans l'extrait (HE) (mg /g d'HE).

Teneur en polyphénol (mg EAG /g HE)	Teneur en Flavonoïdes (mg EQ /g HE)
<b>243.85 ± 1</b>	<b>4.62 ± 0.22</b>

Les résultats obtenus (tableau 8) montrent que la quantité polyphénols totaux que renferme l'huile est de 243,85 mg équivalent acide gallique (EAG) par gramme d'huile essentielle. La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée par la méthode au chlorure d'aluminium, exprimée en mg équivalents de quercétine par g d'échantillon (mg EQ/g). L'huile essentielle a présenté une teneur de  $4,62 \pm 0,22$  mg EQ/g d'huile essentielle. Cependant, en comparaison avec les travaux de **Jabri-Karoui et Marzouk (2013)**, nos résultats apparaissent inférieurs. Dans leur étude, la teneur en acides phénoliques atteignait 1,03 mg/g dans le zeste sec et 473,89 mg/L dans le jus, tandis que la rutine, flavonoïde majoritaire, était présente à hauteur de 0,10 mg/g dans le zeste et 28,34 mg/L dans le jus. De plus **Ben Abdallah et al., (2023)**, ont obtenu  $33,76 \pm 5,63$  mg EAG/g de polyphénols et  $75,50 \pm 5,59$  mg EQ/g de flavonoïdes à partir du zeste de la même espèce. L'huile essentielle, issue d'une distillation à la vapeur, extrait principalement les composés volatils, ce qui peut expliquer une concentration plus faible en polyphénols et flavonoïdes par rapport aux extraits solvants utilisés dans l'étude de référence **Dai & Mumper., (2010)**.

#### **III.4. Analyses physicochimiques de l'huile essentielle de *C. aurantium* L.:**

Les paramètres physico-chimiques et organoleptiques est un moyen de vérification et de contrôle de la qualité de l'HE d'écorce de *Citrus aurantium* L. Les résultats de nos quatre essais sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 09:** bilan des analyses physicochimiques d'HE pendant 2 mois de conservation.

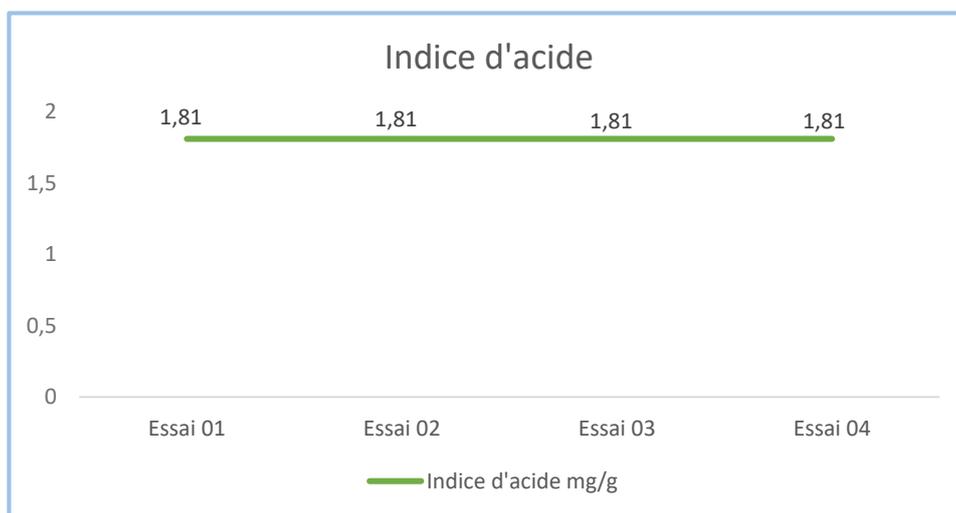
<b>Bilan N 01 le 01/03/2025 :</b>			
<b>Paramètres</b>	<b>Résultats</b>	<b>Normes</b>	<b>Discussion</b>
<b>Aspect</b>	Liquide	Liquide	<b>Conforme à la norme ISO 9844 :2006</b>
<b>Couleur</b>	Jaune pâle	De jaune-vert à brun-vert.	
<b>Odeur</b>	Fraîche, Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	
<b>Indice de réfraction</b>	1,472	[1.472 - 1.476]	
<b>Miscibilité a l'éthanol</b>	Miscible	Miscible à 90 %	
<b>la densité relative à 20 °C</b>	0,8427	[0.840 – 0.860]	
<b>Indice d'acide</b>	1,81	Maximum 2	
<b>Bilan N 02 : le 30/03/2025</b>			
<b>Paramètres</b>	<b>Résultats</b>	<b>Normes</b>	<b>Discussion</b>
<b>Aspect</b>	Liquide	Liquide	

<b>Couleur</b>	Jaune pâle	De jaune-vert à brun-vert.	<b>Conforme à la norme ISO 9844 :2006</b>
<b>Odeur</b>	Fraîche, Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	
<b>Indice de réfraction</b>	1,472	[1.472 - 1.476]	
<b>Miscibilité a l'éthanol</b>	Miscible	Miscible à 90 %	
<b>la densité relative à 20 °C</b>	0,8427	[0.840 – 0.860]	
<b>Indice d'acide</b>	1,81	Maximum 2	<b>Conforme à la norme ISO 3517:2012</b>
<b>Bilan N 03 : le 30/04/2025</b>			
<b>Paramètres</b>	<b>Résultats</b>	<b>Normes</b>	<b>Discussion</b>
<b>Aspect</b>	Liquide	Liquide	<b>Conforme à la norme ISO 9844 :2006</b>
<b>Couleur</b>	Jaune pâle	De jaune-vert à brun-vert.	
<b>Odeur</b>	Fraîche, caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	
<b>Indice de réfraction</b>	1,472	[1.472 - 1.476]	
<b>Miscibilité a l'éthanol</b>	Miscible	Miscible à 90 %	

<b>la densité relative à 20 °C</b>	0,8427	[0.840 – 0.860]	
<b>Indice d'acide</b>	1.81	Maximum 2	<b>Conforme à la norme ISO 3517:2012</b>
<b>Bilan N 04 : le 31/05/2025</b>			
<b>Paramètres</b>	<b>Résultats</b>	<b>Normes</b>	<b>Discussion</b>
<b>Aspect</b>	Liquide	Liquide	<b>Conforme à la norme ISO 9844 :2006</b>
<b>Couleur</b>	Jaune pâle	De jaune-vert à brun-vert.	
<b>Odeur</b>	Fraîche, Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	Caractéristique de la partie extérieure de la peau d'orange amère.	
<b>Indice de réfraction</b>	1,474	[1.472 - 1.476]	
<b>Miscibilité a l'éthanol</b>	Miscible	Miscible à 90 %	
<b>la densité relative à 20 °C</b>	0,8427	[0.840 – 0.860]	
<b>Indice d'acide</b>	1.81	Maximum 2	<b>Conforme à la norme ISO 3517:2012</b>

➤ **l'indice d'acide :**

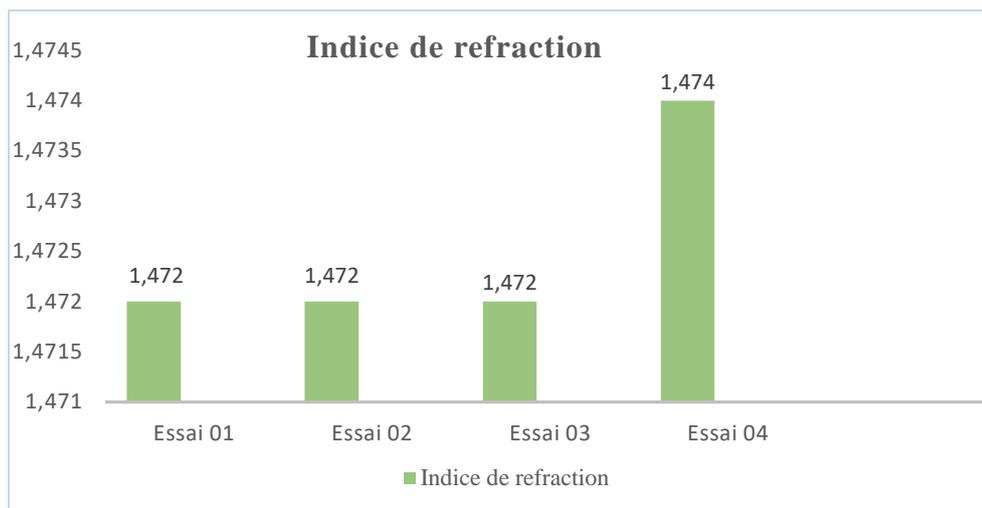
Le virage du couleur du jaune claire au rose persistant pendant le titrage par la solution d'hydroxyde de potassium permet de déterminer l'indice d'acide. Une huile est dite fraiche quand elle ne contient que très peu d'acide libre. C'est pendant la période de stockage que l'huile peut subir des dégradations telle l'hydrolyse des esters (**Kaloustian et al., 2013**). L'indice d'acide d'HE du *C. aurantium* qui a été obtenu par entrainement à la vapeur est le même pendant la période d'essai, indice d'acide stable. Les résultats sont conformes à la norme **ISO 1242**.



**Figure 29:** indice d'acide pendant la période d'essai

➤ **l'indice de réfraction à 20 °C**

L'indice de réfraction d'une huile essentielle dépend principalement de sa composition en monoterpènes et en composés oxygénés. Une concentration élevée en monoterpènes tend à augmenter cet indice (**Boukhatem et al., 2010**). L'indice de réfraction de l'HE de *C. aurantium* est légèrement changé de 1,472 à 1,4724. Par ailleurs, un indice de réfraction relativement bas traduit une faible capacité à dévier la lumière, ce qui peut représenter un avantage pour certaines applications cosmétiques (**Kanko et al., 2004, cité dans Boukhatem et al., 2010**).



**Figure 30 :** indice de réfraction pendant la période d’essai

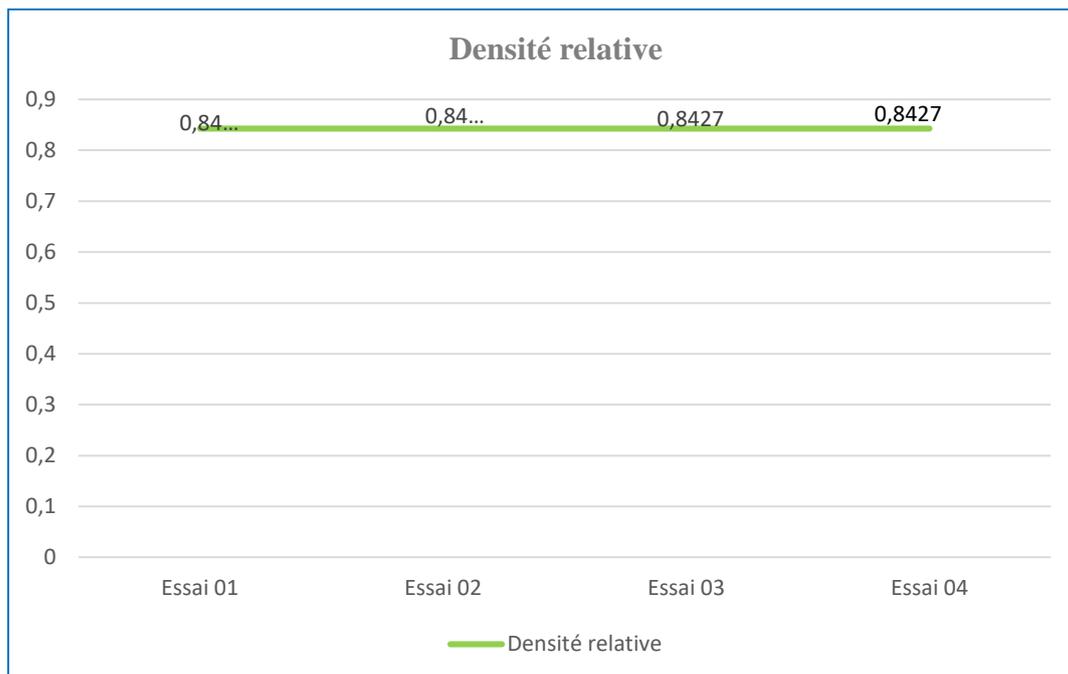
➤ **La miscibilité à l’éthanol :**

Les quatre essais de notre huile essentielle obtenue de la plante *Citrus aurantium* sont miscibles à l’éthanol 90, les résultats sont inchangeables et confirmes à la norme **ISO 9844 :2006**. En l'absence d'une revue exhaustive dédiée à la miscibilité de l'huile essentielle de *C. aurantium* dans l'éthanol, les normes **ISO 875, ISO 9844** peuvent être une référence pour notre étude.

➤ **La densité relative à 20 °C**

La densité relative est un paramètre important pour l’évaluation de la qualité d’une huile essentielle dans plusieurs domaines (agriculture, cosmétique, pharmacie, agroalimentaire, etc....). Elle donne un aperçu sur la naturalité des produits ainsi que les tentatives de fraudes et d’altération.

la densité des huiles essentielles est inférieure à celle de l’eau et selon l’Association Française de Normalisation, La densité maximale appartenant à l'espèce *Citrus aurantium* doit être de 0,860 et son minimal est 0,840, les valeurs obtenues dans les différents essais sont stables et apparaissent dans la figure ....., en comparant aux valeurs des normes les résultats de la densité des quatre essais , sont conformes à la norme **ISO 9844 :2006**.



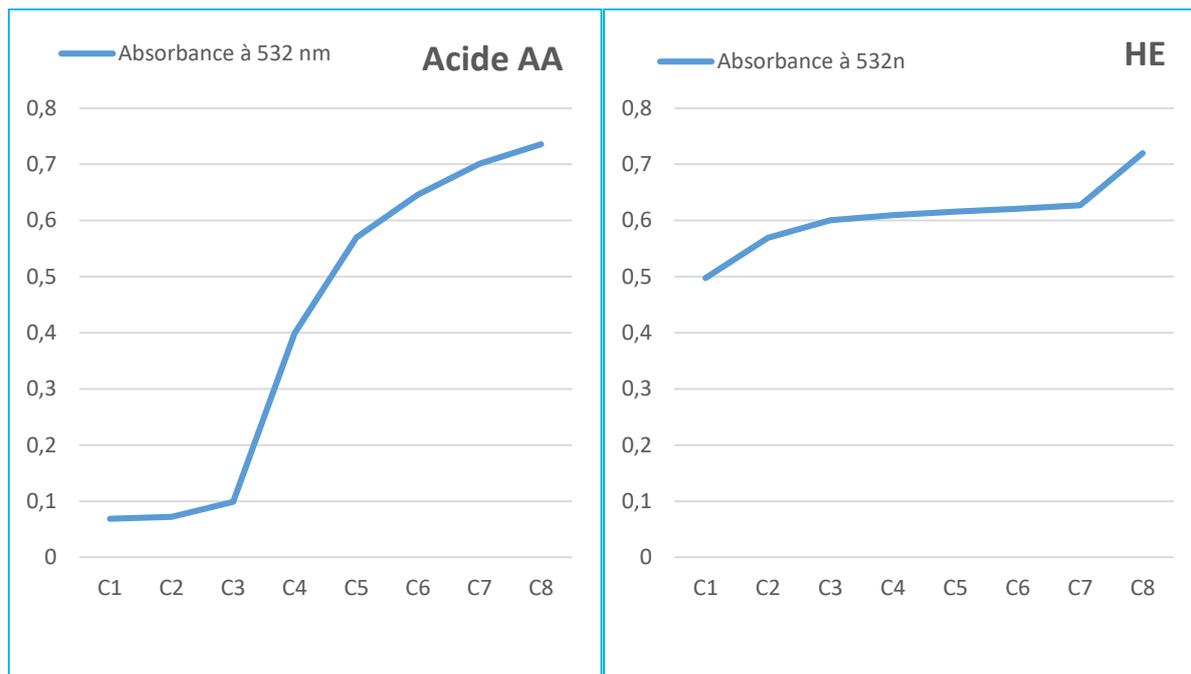
**Figure 31** : Densité relative à 20 C de l'HE *Citrus aurantium L*

### III. 5. Activité antioxydante de l'HE du *C.aurantium L* :

#### III.5.1. Test de Piégeage du radical libre 2,2- diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) :

Le radical libre DPPH, largement utilisé pour évaluer la capacité des composés à agir comme piègeurs de radicaux libres et fournisseurs d'hydrogène, est une méthode rapide, simple et peu coûteuse pour tester les capacités antioxydantes (**Siddartha Baliyan et al., 2022**).

Les résultats du test au DPPH peuvent être exprimés de différentes manières : par le pourcentage de réduction du radical DPPH et par les IC50. Les résultats obtenus ont permis de tracer des courbes qui expriment le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'HE et qui sont représentées dans la figure 32.



**Figure 32:** courbes représentent l'évolution de l'activité antioxydante de la Acide AA et HE en fonction de l'absorbance.

Pour les deux composés testés, on observe une augmentation progressive de l'absorbance en fonction des concentration C1 à C8 , traduisant une intensification de l'activité antioxydante jusqu'à atteindre un état d'équilibre .cette évolution permet de distinguer deux phases caractéristiques :

- Zone à forte cinétique de piégeage des radicaux libres :

Pour l'acide AA, cette zone se situe principalement entre les concentrations C2 et C5, où l'absorbance augmente brusquement traduisant une activité antioxydante intense et rapide.

Pour HE, cette phase est moins marquée, avec une élévation modérée de l'absorbance dès la concentration C1, indiquant une cinétique de réaction plus lente mais stable.

- Zone à faible cinétique ou plateau :

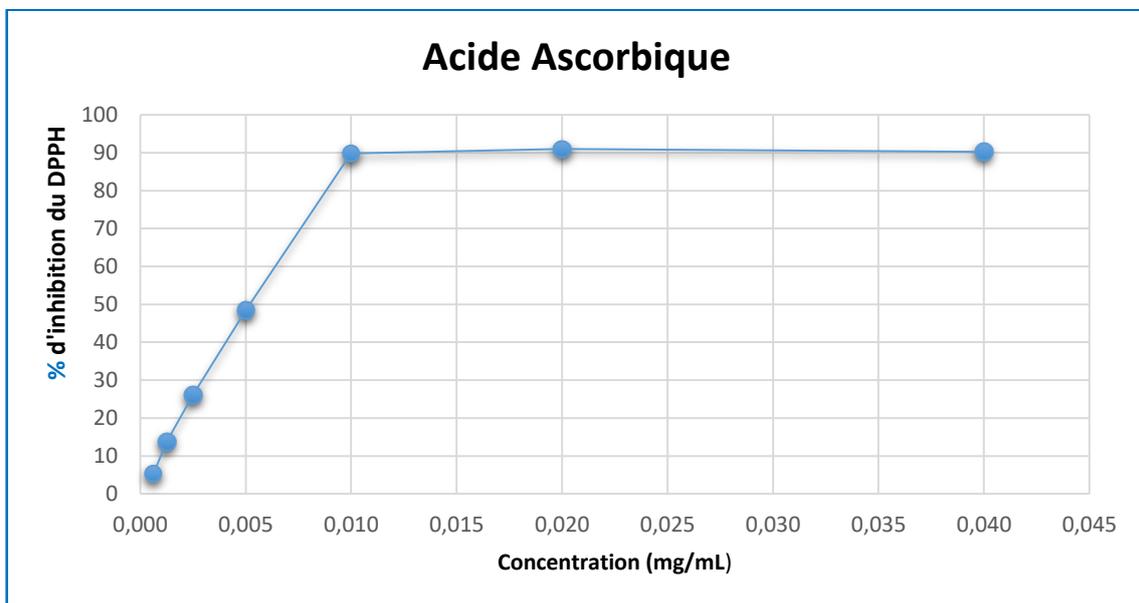
A partir de C6 pour l'acide AA, l'absorbance se stabilise ce qui signifie que la majorité des radicaux ont été piégés.

Pour l'HE, un léger plateau est observé des C4 avec une progression lente jusqu'à C8, montrant que l'huile essentielle atteint un équilibre antioxydant plus tôt que AA mais avec une efficacité moindre.

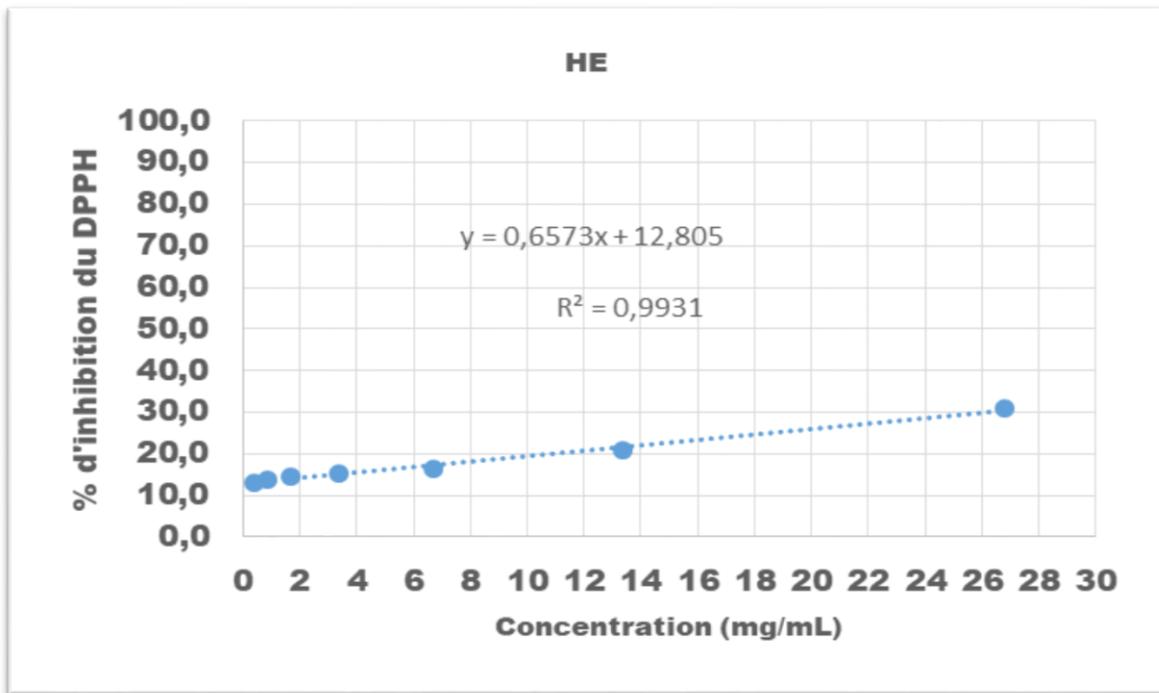
Lorsqu'on effectue la réaction entre le DPPH et l'AA donneur d'hydrogène, on constate que la réaction atteint un équilibre au bout d'un temps court par rapport à l'huile essentielle de *Citrus aurantium* L.

### III.5.2. Détermination du pourcentage d'inhibition :

L'activité anti-radicalaire de l'HE du *Citrus aurantium* (écorces) vis-à-vis de ce radical a été évaluée par spectrophotomètre à 532 nm. L'acide ascorbique est utilisé comme contrôle positif (antioxydant standard). Les résultats obtenus nous ont permis de tracer des courbes qui expriment le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de notre HE et de l'acide ascorbique. Les résultats obtenus lors du test de mesure de pourcentage d'inhibition du radical DPPH sont représentés dans les figures suivantes :



**Figure 33:** Pourcentages d'inhibition du DPPH par l'AA



**Figure 34:** Pourcentages d'inhibition du DPPH par l'huile essentielle

Les résultats indiquent que le pourcentage d'inhibition croît avec l'augmentation des concentrations des extraits et de l'acide ascorbique dans le milieu réactionnel. L'activité du radical libre DPPH est fonction de la concentration de l'extrait ; une concentration plus élevée de l'extrait entraîne une augmentation de l'activité. (Lingxi Li & Baoshan Sun, 2017).

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de *Citrus aurantium* dans cette étude, réalisée via le test DPPH, a révélé des pourcentages d'inhibition variant entre  $13,71 \pm 0,09$  % et  $30,87 \pm 0,13$  %, selon des concentrations comprises entre 0,8 mg/mL et 27,8 mg/mL. Une différence statistiquement significative a été observée à 13 mg/mL, ce qui souligne une activité antioxydante croissante avec la concentration. Ces résultats se situent en dessous de ceux rapportés par **Esraa Elhawary et al., (2024)**, qui ont observé une activité antioxydante bien plus marquée avec une valeur maximale de  $51,67 \pm 0,69$  mg TE/g pour l'huile essentielle extraite par distillation à la vapeur. Cette divergence peut s'expliquer, entre autres, par la différence dans les unités de mesure (inhibition en pourcentage vs équivalent Trolox) ainsi que par la composition chimique des huiles essentielles qui est influencée par de multiples facteurs, tels que la partie de la plante utilisée, le stade de maturité, ainsi que les conditions

agroclimatiques. En effet des travaux menés par **Zhou et al., (2023)** ont microencapsulé l'huile essentielle de *C. aurantium* avec des polysaccharides et rapporté une **IC<sub>50</sub> de 0,50 mg/mL**, soit **500 µg/mL**, mettant en évidence une excellente activité antioxydante, favorisée par la stabilité du produit encapsulé. **Mondello et al., (2022)** en Sicile ont rapporté une IC<sub>50</sub> de **31 µg/ml**. **Boussaada et Chemli (2013)** ont trouvé une valeur d'environ **190 µg/mL** pour un extrait méthanolique. Une étude antérieure a identifié une forte activité de piégeage des radicaux DPPH dans l'extrait de *C. aurantium* (IC<sub>50</sub> = 96,07 µg/mL) et dans son huile essentielle (IC<sub>50</sub> = 393,71 µg/mL) (**ġirmenci et al., 2020**). Ces variables peuvent contribuer aux écarts observés entre les études. Néanmoins, malgré une activité inférieure, les résultats obtenus confirment le potentiel antioxydant de l'huile essentielle de *C. aurantium*, en accord avec les données disponibles dans la littérature scientifique (**Viuda-Martos, 2008 ; Bakkali 2008**)

**Conclusion  
et  
Perspectives**

## Conclusion :

La présente étude est consacrée à l'étude physicochimique et à l'évaluation de l'activité antioxydante (Neutralisation du radical DPPH) de l'huile essentielle d'épluchures de *Citrus aurantium*.L cultivée dans la région (Hamma bouziene - Constantine), en utilisant l'extraction par entraînement à la vapeur pour l'obtention de l'huile essentielle. Le rendement est 0,23% par rapport à 5 kg d'écorce. Le rendement de l'extrait hydro-méthanolique d'épluchure de *C.aurantium*.L est 18,2 %.

L'analyse qualitative (Screening phytochimique) de l'extrait hydrométhanolique de l'écorce du *C.aurantium* réalisée à l'aide de tests phytochimiques, a révélé la présence de plusieurs familles de composés naturelles à savoir la substance polyphénols totaux, les glycosides, les quinones libres, les anthraquinones et les flavonoïdes. Ces substances sont généralement responsables de l'activité biologique des extraits.

La teneur en polyphénols est 243,85 mg équivalent acide gallique (EAG) par gramme d'huile essentielle, pour l'écorce du bigaradier.

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée par la méthode au chlorure d'aluminium, exprimée en mg équivalents de quercétine par g d'échantillon (mg EQ/g). L'huile essentielle a présenté une teneur de  $4,62 \pm 0,22$  mg EQ/g d'huile essentielle.

L'HE de l'écorce d'orange amère étudiée présente un pouvoir réducteur faible à modéré. Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH d'huile essentielle étudiée varie de  $13,71 \pm 0,09$  % à  $30,87 \pm 0,13$  %, pour des concentrations comprises entre 0.8 mg/ml et 27,8 mg/ml. Les résultats du pourcentage d'inhibition du radical DPPH d'huile essentielle sont significativement différents à la concentration de 13 mg/ml. Après la période d'incubation. Nous avons déterminé la concentration nécessaire pour réduire 50 % du radical libre DPPH, la valeur d'IC<sub>50</sub> est supérieure à la concentration testée dans le cadre de cette étude.

Au regard des résultats obtenus dans cette étude, plusieurs perspectives de recherche peuvent être envisagées afin de valoriser d'avantage *Citrus aurantium* L. et approfondir la compréhension de ses propriétés biochimiques.

Tout d'abord une analyse détaillée permettrait d'identifier avec précision les molécules responsables de l'activité antioxydante observée. .

En outre les résultats obtenus dans cette étude ouvrent la voie à une valorisation potentielle de *Citrus aurantium* L dans des domaines différents tels que l'agroalimentaire, la pharmaceutique, parapharmaceutique et cosmétique notamment en tant qu'agent antioxydant et phytosanitaire naturel.

A ce titre des essais biologiques *in vitro* et *in vivo* seraient nécessaires pour confirmer l'activité biologique à un niveau cellulaire ou systémique et évaluer l'impact sur la santé humaine.

Par ailleurs, l'exploitation de techniques d'extraction plus écologiques et performantes permet d'optimiser le rendement en principes actifs tout en respectant les exigences et le développement durable .Enfin, la valorisation des sous-produits de *Citrus aurantium*.L s'inscrirait dans une démarche écoresponsable en contribuant à la réduction des déchets agricoles et à la promotion d'une économie circulaire.

**Références**  
**Bibliographiques**

- **Abou Baker, D.H. ; Ibrahim, B.M.M. ; Hassan, N.S. ; Yousuf, A.F. ; Gengaihi, S. 2020.**El Exploiting Citrus aurantium seeds and their secondary metabolites in the management of Alzheimer disease. *Toxicol. Rep.* 7, 723-729. <https://doi.org/10.1016/j.toxrep.2020.06.001>
- **Aboudaou, M.; Ferhat, M.A., Hazzit, M., Ariño, A., Djenane, D.** Solvent Free-microwave Green Extraction of Essential Oil from Orange Peel (Citrus sinensis L.). Effects on Shelf Life of Flavored Liquid Whole Eggs during Storage under Commercial Retail Conditions. *Preprints* 2018, 2018010055 (doi. 10.20944/preprints201801.0055.v1).
- **AFNOR. (1996). NF T 75-001** : Huiles essentielles – Vocabulaire. Paris : Association Française de Normalisation
- **AFNOR. (1996). NF T 75-002** : Huiles essentielles – Vocabulaire. Paris : Association Française de Normalisation
- **AFNOR. (2000).** Recueil de normes françaises : Huiles essentielles – Méthodes d’analyse (Série T75A). *Paris* : Association Française de Normalisation.
- **Al Riza, D. F., Yolanda, J., Tulusi, A. A., Ikarini, I., Hanif, Z., Nasution, A., & Widodo, S. (2023).** Prédiction du niveau de maturité de la mandarine ( Citrus reticulata Blanco cv. Batu 55) à l’aide de la spectroscopie combinée réflectance-fluorescence. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular* <https://doi.org/10.1016/j.saa.2023.123061>
- **Ali arous S., (2020)** : Rôle des pucerons dans la propagation du virus de la Tristeza (CTV) responsable du dépérissement rapide des agrumes dans le moyen Chlef et identification des biotypes vecteurs. Thèse Doctorat. Université Mostaganem. p71-81.
- **Allais, D. (2009).** L’orange amer ou bigaradier. *Actualités Pharmaceutiques*, 48(488), 47-49. [https://doi.org/10.1016/S0515-3700\(09\)70388-X](https://doi.org/10.1016/S0515-3700(09)70388-X)
- **Almeida 2022 ; Santos 2023, Ouldeyrou Karima ; Righi Setti 2020** *Journal of Advanced Research in Science and Technology* ISSN: 2352-9989 79 © 2020 JARST. All rights reserved Etude Comparative Entre Les Plantes : Malva Sylvestris ,Olea Europea , Citrus Aurantium ,Utilisées Dans Le Traitement Du Diabete Dans La Médecine Traditionnelle De La Région De Mascara )

- **Amrouni, H. (2016).** Impact de la sécheresse sur la production agricole dans la région de Batna. Université Hadj Lakhdar Batna 1. Disponible [http://dspace.ensa.dz:8080/jspui/bitstream/123456789/291/1/amrouni\\_h.pdf](http://dspace.ensa.dz:8080/jspui/bitstream/123456789/291/1/amrouni_h.pdf)
- **Asma Boukhenoufa, Yamina Maizi, Souhila Benmagnia,, Dalila Ferrag, Aicha Tir Touil Meddah, Boumediene Meddah, Fayçal Abdelaaziz Bouali Youcef, Hiba Naas, (2024)** application trial of essential oil extracted from citrus aurantium in food products (doi: 10.2478/agr-0015)
- **Atlas Big., (2018-2021):** Production mondiale totale d'agrumes par pays, <https://www.atlasbig.com/fr-fr/pays-par-production-totale-d-agrumes>
- **Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M. (2008).** Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446–475. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
- **Baldwin, E. A. B. Seymour, J. E. Taylor, G. A. Tucker (1993).** Citrus fruit. In G. (Éds.), *Biochemistry of Fruit Ripening* [https://doi.org/10.1007/978-94-011-1584-1\\_4](https://doi.org/10.1007/978-94-011-1584-1_4)
- **Barros, H. R.D.M., Ferreira T.A. P.D.C., Genovese M. I. (2012).** Antioxidant capacity and mineral content of pulp and peel from commercial cultivars of citrus from Brazil. *Food Chemistry*, 134 : 1892 1898.
- **Békro Y.A, Békroj A.M, Bouab.B, Trab F.H and Ehilé E.E., (2007)** Etude ethnobotanique et Screening phytochimique de *Caesalpinia benthiana*. (Bai) Herend et Zarucchi (caesalpinaceae). *Rev. Sci. Nat*, 4 (2) : P 217-225.
- **Ben Abdallah, F., Hamdi, S., Kchaou, W., & Bouaziz, M. (2023).** Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols and flavonoids from *Citrus aurantium* L. var. amara Engl. fruit peel using response surface methodology [https://ui.adsabs.harvard.edu/link\\_gateway/2024BioCB..1414139A/doi:10.1007/s13399-023-03947-x](https://ui.adsabs.harvard.edu/link_gateway/2024BioCB..1414139A/doi:10.1007/s13399-023-03947-x)
- **Benabdallah A. (2017).** Étude écophysiological, développement et importance des plantes médicinales du genre *Mentha* dans le Parc National d'El-Kala (Nord-Est Algérie). Thèse de Doctorat es Sciences, Université des Frères Mentouri Constantine 1, Algérie, 143 p.
- **Bendaha, H. ; Bouchal, B. ; El Mounsi, I. ; Salhi, A. ; Berrabeh, M. ; El Bellaoui, M. ; Mimouni, M. (2016)** Chemical composition, antioxidant, antibacterial and

antifungal activities of peel essential oils of *Citrus aurantium* grown in Eastern Morocco. *Der Pharm. Lett.*, 8, 239-245.

- **Ben Hsouna, A., Ben Halima, N., Hamdi, N. (2021).** **Chemical composition and antioxidant activity of essential oils from *Citrus aurantium* peels cultivated in Tunisia.** *Industrial Crops and Products*, **164**, 113343. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113343>
- **Benzeggouta, N. 2005.** Etude de l'activité antibactérienne des huiles infusées de quatre plantes médicinales connues comme aliments.
- **Binello, A.; Lorenzo, J.M.; Shpigelman, A. (2017).** Innovative “green” and novel strategies for the extraction of bioactive added value compounds from citrus wastes— A review. *Molecules* 22 680)
- **Blois M.S., (1958).** Antioxidant determinations by the use of a stable Free Radical. *Nature*, 4617 (181): 1119-1200.
- **Boukhatem Mohamed Nadjib , FERHAT Amine et Kameli Abdelkrim (2019 )** méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles : revue de littérature 9(2): 1653-1659)
- **Boukhatem, m.n. Mohand, S.H. Fairouz, s. Yahia, H. (2010).** Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). Unité de recherche en Biotechnologies Végétales, Univ. Saad Dahleb de Blida, Algérie, p37
- **Bouras, M. (2018)** Thèse de Doctorat : Évaluation de l'activité antibactérienne des extraits de certaines plantes de l'est algérien sur des souches résistantes aux antibiotiques. Université Badji mokhtar-annaba.Algérie.
- **Bousbia, N. (2011).** Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires (Doctoral dissertation). p. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & Ecole Nationale Supérieure Agronomique.128p.
- **Bousbia, N. (2011).** Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires (Doctoral dissertation). p. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & Ecole Nationale Supérieure Agronomique p31.
- **Bruneton, J. (2009).** Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes Médicinales, 4 e éd. Tec & Doc / Lavoisier, Paris, 279-281.

- **Burnett, C.L. ; Fiume, M.M. ; Bergfeld, W.F. ; Belsito, D.V. ; Hill, R.A. ; Klaassen, C.D. ; Liebler, D.C. ; Marks, J.G. ; Shank, R.C. ; Slaga, T.J. (2019)** Safety Assessment of Citrus-Derived Peel Oils as Used in Cosmetics. *Int. J. Toxicol.* P 38, 33S-59S.
- **Burt, S. (2004).** Essential oils: Their antibacterial properties and potential applications in foods—A review. *International Journal of Food Microbiology*, 94(3), 223–253. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.03.022>
- **Chemat F. (2009).** Essential oils and aromas Green Extraction and Applications. Har Krishan Bhalla & Sons.
- **Cirrinzione, F., Ferranti, P., Ferrara, A., & Romano, A. (2024).** A critical evaluation on the valorization strategies to reduce and reuse orange waste in bakery industry. *Food Research International*, 187, 114422. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2024.114422>
- **Dai, J., & Mumper, R. J. (2010).** *Plant phenolics: extraction, analysis and their antioxidant and anticancer properties.* *Molecules*, 15(10), 7313–7352. <https://doi.org/10.3390/molecules15107313>
- **Dandekar, D.V. ; Jayaprakasha, G.K. ; Patil, B.S. (2020).** Hydrotropic extraction of bioactive limonin from sour orange (*Citrus aurantium* L.) seeds. *Food Chem.* 2008, 109, 515-520.
- **De Santis, D., & Frangipane, M. T. (2020).** *Citrus aurantium* L. : Impact du cultivar sur le profil sensoriel. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 20, 100203. <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2020.100203>
- **Deng, M., Jia, X., Dong, L., Liu, L., Huang, F., Chi, J., Zhang, R. (2022).** Structural elucidation of flavonoids from Shatianyu (*Citrus grandis* L. Osbeck) pulp and screening of key antioxidant components. *Food Chemistry*, 366, 130605.
- **Di Matteo, A., Di Rauso Simeone, G., Cirillo, A., Rao, M. A., Di Vaio, C. (2021).** Caractéristiques morphologiques, acide ascorbique et activité antioxydante lors de la maturation des fruits de quatre citrons (*Citrus limon*(L.) Burm. F.) cultivars. *Scientia Horticulturae*, 276, 109741. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2020.109741>
- **Djenane, D. (2015).** Chemical profile, antibacterial and antioxidant activity of Algerian citrus essential oils and their application in *Sardina pilchardus*. *Foods*, 4(2), 208-228.
- **Dongre, P., Doifode, C., Choudhary, S., Sharma, N. (2023b).** « Description botanique, composition chimique, usages traditionnels et pharmacologie de Citrus

sinensis : Une revue mise à jour». *Pharmacological Research - Modern Chinese Medicine*, 8, 100272. <https://doi.org/10.1016/j.prmcm.2023.100272>

- **DRARENI S., (2013).** Caractérisation des huiles essentielles de fruit du *Citrus aurantium* et son action sur la bruche de la fève *Bruchus rufimanus* (Coléoptère-Bruchidés), Th. Mast. Univ. Saad DAHLEB-Blida, 52p.
- **EL HAIB, A. (2011).** Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques. Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- **Escribano-bailon et Santos-buelga, (2003).** Polyphénols extraction from foods. *Methods in polyphenol analysis*. Royal Society of Chemistry. Thomas Graham House, Science Park, Milton road, Cambridge, 1-16p. )
- **Esraa A. Elhawary, Nilofar Nilofar, Gokhan Zengin and Omayma A. Eldahshan (2024)** Variation of the essential oil components of *Citrus aurantium* leaves upon using different distillation techniques and evaluation of their antioxidant, antidiabetic, and neuroprotective effect against Alzheimer's disease P 02 <https://doi.org/10.1186/s12906-024-04380-x>
- **Farhat A., Fabiano-Tixier A.S., El Maataoui M., Maingonnat J.F., Romdhane M., Chemat F. (2011).** Microwave steam diffusion for extraction of essential oil from orange peel: Kinetic data, extract's global yield and mechanism. *Food Chemistry*, 125 : 255-261.
- **Fisher, K.; Phillips, (2008).** C. Potential Antimicrobial Uses of Essential Oils in Food: Is Citrus the Answer *Trends Food Sci. Technol.* P19, 156–164. from the leaves of *Citrus aurantium* Linn. *J. Nat. Prod. Plant Resour.* 2013, 3, 19-23.
- **Gedikoğlu, A.; Clarke, A.; Gruen, I. (2018).** Determination of flavonoids in citrus fiber and the impact of processing method on total phenolic content, total flavonoid content, total carotenoid content and oxygen radical absorbance capacity. *Gıda*, P 43(6), 917-924 . DOI. 10.15237/gida.GD18072
- **Ghasemi, K., Ghasemi, Y., Ebrahim Zadeh, M.A. (2009).** Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of 13 citrus species peels and tissues. *Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences.* 22, 3 : 277 281.

- **ğirmenci H, Erkurt H.(2020).** Relationship between volatile components, antimicrobial and antioxidant properties of the essential oil, hydrosol and extracts of *Citrus aurantium* L. flowers. *J Infect Public Health*. P13(1):58–67.
- **González-Molina, E., Domínguez-Perles, R., Moreno, D. A., García-Viguera, C. (2010).** Natural bioactive compounds of *Citrus limon* for food and health. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, 51(2), 327-345.
- **Gopal, P.V. (2012).**Évaluation de l'activité antimicrobienne du *Citrus aurantium* contre certaines souches bactériennes à Gram positif et négatif. *Pharmacia* 2012, 1, 107-109
- Goulas V., Manganaris, G.A. Exploring the phytochemical content and the antioxidant potential of *Citrus* fruits grown in Cyprus. *Food Chemistry*. 131 : 39-47.
- **Guendouze-Bouchefa N, Madani K, Chibane M (2015).** Phenolic compounds, antioxidant and antibacterial activities of three Ericaceae from Algeria. *Ind Crops Prod* 70:459–466. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.053>
- **Guendouze-Bouchefa N., 2017.** Étude de la composition phénolique et de certaines activités biologiques des extraits de quelques plantes médicinales de la famille des Éricacées (*Erica arborea* L., *Erica multiflora* L. et *Arbutus unedo* L.). Thèse de Doctorat, Université de Bejaia, Algérie, 160 p.
- **Guimarães, R., Barros, L., Barreira, J. C., Sousa, M. J., Carvalho, A. M., & Ferreira, I. C. (2010).** Targeting excessive free radicals with peels and juices of citrus fruits: grapefruit, lemon, lime and orange. *Food and Chemical Toxicology*, 48(1), 99-106. doi: 10.1016/j.fct.2009.09.022.
- **Hamedi, A. ; Zarshenas, M. ; Jamshidzadeh, A. ; Ahmadi, S. ; Heidari, R. ; Pasdran, A. (2019).** Huile de pépins de *Citrus aurantium* (orange amère) :Propriétés pharmacognostiques, anti-inflammatoires et anti-nociceptives. *Herb. Prod.* 5, P153-164. [Citrus aurantium | SpringerLink](#)
- **Harborne J.B, (1998).** *Phytochemical Methods : A guide to moderne techniques of plantanalysis* 3e ed : Chapman and hill. P 303
- **HELLAL Z., (2011).**Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles des *Citrus*. Application sur la sardine (*Sardina pulchardus*), *Mém. Mag., univ. Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou*, p. 120.
- **Hendel, N., Djamel Sarri, Madani Sarri, Napoli, E., Piccionello, A. P., Ruberto, G. (2024).** Phytochemical Analysis and Antioxidant and Antifungal Activities of Powders, Methanol Extracts, and Essential Oils from *Rosmarinus officinalis* L. and *Thymus*

ciliatus Desf. Benth. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(14), 7989–7989.  
<https://doi.org/10.3390/ijms25147989>

- **Hendrix, C. M., Redd, J. B. (1995).** Chemistry and technology of citrus juices and by products. In *Production and packaging of non-carbonated fruit juices and fruit beverages* (pp. 53-87). Springer, Boston, MA.
- **Hosni K., Zhaed N., Chrif R., Abid I., Medfei W., Sebei H. (2010).** Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species : Evidence for the genotypic influence. *Food chemistry*. 123 : 1098-1104.
- **Hosni, K. ; Zahed, N. ; Chrif, R. ; Abid, I. ; Medfei, W. ; Kallel, M. ; Brahim, N.B. ; Sebei, H. 2010 .** Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species : Evidence for the genotypic influence. *Food Chem*. P 123, 1098-1104
- **Houmy et al. (2022).** AFRIMED AJ –Al Awamia(134). p. 292-305).
- **Ines Ellouze , Boutheina Ben Akacha, Ivana Generalić Mekinić, Rania Ben Saad , Miroslava Kačániová , Maciej Ireneusz Kluz , Wissem Mnif , Stefania Garzoli , Anis Ben Hsouna 2024** *Foods* , 13(19), 3093; <https://doi.org/10.3390/foods13193093>
- **ISO. (1998).** *ISO 279:1998 – Huiles essentielles – Détermination de la densité relative à 20 °C – Méthode de référence.* Organisation internationale de normalisation
- **ISO. (1998).** *ISO 280:1998 – Huiles essentielles – Détermination de l'indice de réfraction.* Organisation internationale de normalisation.
- **ISO. (1999).** *ISO 875:1999 – Huiles essentielles – Évaluation de la miscibilité à l'éthanol.* Organisation internationale de normalisation
- **ISO. (2006).** *ISO 9844: oil of bitter orange.* Geneva: International Organization for Standardization.
- **ISO 4720:2018.** Huiles essentielles – Noms botaniques normalisés. Genève : Organisation internationale de normalisation
- **ISO. (2023).** *ISO 1242:2023 – Huiles essentielles – Détermination de l'indice d'acide par deux méthodes de titrage, manuelle et automatique.* Organisation internationale de normalisation.
- **ISO 210 (2023):.** *Huiles essentielles – Directives générales pour l'étiquetage.* Genève : Organisation internationale de normalisation.
- **Jabri Karoui, I., Marzouk, B. (2013).** Characterization of Bioactive Compounds in Tunisian Bitter Orange (*Citrus aurantium* L.) Peel and Juice and Determination of Their

Antioxidant Activities. *BioMed Research International*, 2013, Article ID 345415.  
<https://doi.org/10.1155/2013/345415>Wiley Online Library

- **Jabri-Karoui, I., Marzouk, B. (2013).** Characterization of Bioactive Compounds in Tunisian Bitter Orange (*Citrus aurantium* L.) Peel and Juice and Determination of Their Antioxidant Activities. *BioMed Research International*, 2013, Article ID 345415
- **Jeannot , V., Servais, C., Brat, P., Bohuon, P. (2005 )**Quantification and determination of chemical composition of the essential oil extracted from natural orange blossom water (*Citrus aurantium* L. ssp. *aurantium*),
- **Jia, S. ; Hu, Y. ; Zhang, W. ; Zhao, X. ; Chen, Y. ; Sun, C. ; Li, X. ; Chen, K 2015.** Effets hypoglycémiques et hypolipidémiques de la néohespéridine dérivée de *Citrus aurantium* L. chez les souris diabétiques KK-Ay. *Food Funct.*, 6, 878-886.
- **John, K. K., Shcherazade, D. O. S. F. (2021).**Activité Anti-inflammatoire Et Études Phytochimiques De L'extraitAqueux Écorces *Distemonanthus Benthamianus* Baill.(Caesalpiniaceae: Caesalpinoideae). *Europeanscientific Journal*, 17(7), 74-93.
- **JOUAULT, S. 2012.** La qualité des huiles essentielles et son influence sur leur efficacité et sur leur toxicité. Université de Lorraine.
- **Kadhim Hindi, N.K. ; Ghani Chabuck, Z.A. (2013).** Activité antimicrobienne de différents extraits aqueux de citron. *J. Appl. Pharm. Sci.*, P 3, 74-78.
- **Kaloustian J., Hadji-Minaglou F., Vanella. P ., (2013.)** La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie : Entre science et tradition pour unne application médicale raisonnée. Ed Springer Verlag., France. 226p.
- **Kammoun Bejar A., Ghanem N., Mihoubi D., Kechaou N., Boudhrioua Mihoubi, N. (2011).** Effect of Infrared Drying on Drying Kinetics, Color, Total Phenols and Water and Oil Holding Capacities of Orange (*Citrus Sinensis*) Peel and Leaves. *Journal of Food Engineering*. 7, 5, 1-25.
- **Kanko, C., Sawaliho, B. E., Koné, S., Koukoua, G., & N'Guessan, Y. T. (2004).** Étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles de *Lippia multiflora*, *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, *Cymbopogon giganteus*. *Comptes Rendus Chimie*, 7(10–11), 1039–1042. <https://doi.org/10.1016/j.crci.2003.12.030>
- **Kapoor, S., and Kapoor, R. (2019).** Clove (*Syzygium aromaticum* L.). In *Bioactive Molecules in Food* (pp. 59-70). Springer, Singapore
- **Kara Mohamed. (2018).** Les agrumes. Cour en ligne.

- **Karabiyikli, S. ; Deg'irmenci, H. ; Karapinar,(2014).** M. Effet inhibiteur du jus de bigarade (*Citrus aurantium*) sur *Salmonella Typhimurium* et *Listeria monocytogenes*. *LWT Food Sci. Technol.* P, 55, 421-425.
- **Khettal, B. ; Kadri, N. ; Tighilet, K. ; Adjebli, A. ; Dahmoune, F. ; Maiza-Benabdeslam, F. (2017).** Phenolic compounds from Citrus leaves : Activité antioxydante et inhibition du brunissement enzymatique. *J. Complement. Integr. Med.* 14, 1-13.
- **Kholkhal, L., Bammou, M., Amrani, A., Bencheikh, R. (2013).** Étude phytochimique et évaluation de l'activité anti-oxydante de *Thymus Ciliatus* ssp. *Coloratus* Afrique *SCIENCE* 09(1) (2013) 151 – 158).
- **Kimball JW. (1999).** *Biology*. 5th ed. San Francisco: Benjamin Cummings;.
- **Klimek-Szczykutowicz, M., Szopa, A., Ekiert, H. (2020).** Citrus limon (Lemon) Phenomenon—A Review of the Chemistry, Pharmacological Properties, Applications in the Modern Pharmaceutical, Food, and Cosmetics Industries, and Biotechnological Studies. *Plants*, 9(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/plants9010119>
- **Klimek-Szczykutowicz, M., Szopa, A., Ekiert, H. (2020).** Citrus limon (Lemon) Phenomenon—A Review of the Chemistry, Pharmacological Properties, Applications in the Modern Pharmaceutical, Food, and Cosmetics Industries, and Biotechnological Studies. *Plants*, 9(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/plants9010119>
- **Koochi, Z. H., Jahromi, K. G., Kavooosi, G., Ramezani, A. (2023).** Fortification de *Chlorella vulgaris* avec acide aminé d'écorce d'agrumes pour améliorer la biomasse et la qualité des protéines. *Biotechnology Reports*, 39, e00806. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2023.e00806>
- **Koutti A., Bounaceur F., et Razi S., (2017).** Diversité et distribution spatiale des thrips sur différentes variétés d'agrumes en Algérie, *Revue Agrobiologia* 7(1): 263-273.
- **Kumar, B., Smita, K., Galeas, S., Sharma, V., Guerrero, V. H., Debut, A., Cumbal, L. (2020a).** Caractérisation et application de nanoparticules d'oxyde de fer biosynthétisées à l'aide d'écorces de *Citrus paradisi* : Une approche durable. *Inorganic Chemistry Communications*, 119, 108116. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2020.108116>
- **L. Active2021.** Constituents, Biological Effects and Extraction Methods. An Updated Review. *Molecules*, , 26 (19), pp.5832. [10.3390/molecules26195832](https://doi.org/10.3390/molecules26195832) .
- **L. Bougas, J. Byron, D. Budker, J. Williams, Sci. Adv., 2022,** 8, article no. eabm3749

- **Labadie, C. ; Ginies, C. ; Guinebretiere, M.H. ; Renard, C.M.G.C. ; Cerutti, C. ; Carlin, F (2015).** Hydrosols of orange blossom (*Citrus aurantium*), and rose flower (*Rosa damascena* and *Rosa centifolia*) support the growth of a heterogeneous spoilage microbiota. *Food Res. Int.* , 76, 576-586. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.07.014>
- **Ladaniya, M. S.(2008)** . *Citrus Fruit: Biology, Technology and Evaluation*. Academic Press
- **Lagha-Benamrouche, S. (2018).** *Caractérisation chimique des écorces d'oranges, identification par GC-MS et évaluation du pouvoir antioxydant de leurs huiles essentielles*. *Revue Nature & Technologie*, (10), 112–115.
- **Lamaison, J.L.C., Carnet, A., (1990).** Teneur en principaux flavono.des des fleurs de *Cratageus monogyna* Jacq et de *Cratageus laevigata* (Poiret D.C.) en fonction de la v.g.tation. *Pharm. Acta Helv.* 65, 315–320.
- **LAMAMRA, M. (2018).** Activités biologiques et composition chimique des huiles essentielles d'*Ammiopsis aristidis* Coss.(Syn. *Daucus aristidis* Coss.) et d'*Achillea santolinoides* Lag.
- **Lardry J. M., et HaberkornV. (2007).** L'aromathérapie et les huiles essentielles. *Kinésithérapie, la revue*, 7(61), 14-17.
- **LAURENT, J. (2017).** Conseils et utilisations des huiles essentielles les plus courantes en officine. Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- **Lota, M. L., De Rocca Serra, D., Tomi, F., Casanova, J. (2016).** **Chemical composition of peel and leaf essential oils of sour orange.** *Flavour and Fragrance Journal*, **11(2)**, 91–94. <https://doi.org/10.1002/ffj.2730110205>
- **Lingxi Li & Baoshan Sun (2017).** Grape and wine polymeric polyphenols: Their importance in enology, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-17.DOI: 10.1080/10408398.2017.1381071
- **Liu, Y., Benohoud, M., Yamdeu, J. H. G., Gong, Y. Y., Orfila, C. (2021).** Green extraction of polyphenols from citrus peel by-products and their antifungal activity against *Aspergillus flavus*. *Food Chemistry: X*, 12, 100144.
- **Louisa Aribi-Zouiouche (2024).** Lelimonène dans les huiles essentielles: énantiomères et activités biologiques Volume 27 p.129-140 En ligne depuis le 18 avril 2024 <https://doi.org/10.5802/crchim.308>

- **Louisa Aribi-Zouioueche** Lelimonène dans les huiles essentielles: énantiomères et activités biologiques Volume 27 (2024), p.129-140 En ligne depuis le 18 avril 2024 <https://doi.org/10.5802/crchim.308>
- **Lu, X., Zhao, C., Shi, H., Liao, Y., Xu, F., Du, H., Xiao, H., Zheng, J. (2023).** Nutrients and bioactives in citrus fruits : Different citrus varieties, fruit parts, and growth stages. *Critical Reviews in Food Science* <https://doi.org/10.1080/10408398.2021.1969891>
- **Lu, X., Zhao, C., Shi, H., Liao, Y., Xu, F., Du, H., Xiao, H., Zheng, J. (2023).** Nutrients in and bioactives in citrus fruits : Different citrus varieties, fruit parts, and growth stages. *Critical Reviews Food Science and* [https://doi.org/10.1080/10408398.63\(14\), 2018-2041](https://doi.org/10.1080/10408398.63(14), 2018-2041)
- **Lucchesi, M.-E. (2005).** Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de Doctorat, Université de la Réunion.
- **Lv, X., Zhao, S., Ning, Z., Zeng, H., Shu, Y., Tao, O., Xiao, C., Lu, C., Liu, Y. (2015c).** Citrus fruits as a treasure trove of active natural metabolites that potentially provide benefits for human health. *Chemistry Central Journal*, 9, 1-14.
- **M.Giney Trebouta (2024 ).** Approche phyto-aromathérapeutique au sein d'un hôpital de jour en psychiatrie <https://doi.org/10.3166/phyto-2024-0407>
- **M'Hiri, N. (2015).** *Caractérisation chimique des écorces d'oranges, identification par chromatographie en phase gazeuse et évaluation de leur activité antioxydante* [Mémoire de fin d'études, Université de Lorraine].
- **Magda R A., Awad A M., Selim K A. (2008).** Evaluation of mandarin and orange peels as natural sources of antioxidant in biscuits. *Journal of Food Science & Technology*. 75-82.
- **Mannucci, C. ; Calapai, F. ; Cardia, L. ; Inferrera, G. ; D'Arena, G. ; Di Pietro, M. ; Navarra, M. ; Gangemi, S. ; Ventura Spagnolo, E. ; Calapai, G.(2018).** Clinical pharmacology of Citrus aurantium and Citrus sinensis for the treatment of anxiety. *Evid. Based Complement. Altern. Med.*, 3624094. [Clinical Pharmacology of Citrus aurantium and Citrus sinensis for the Treatment of Anxiety - Mannucci - 2018 - Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine - Wiley Online Library](https://doi.org/10.1155/2018/3624094)

- **Maqbool, Z., Khalid, W., Atiq, H. T., Koraqi, H., Javaid, Z., Alhag, S. K., Al-Shuraym, L. A., Bader, D. M. D., Almarzuq, M., Afifi, M., & AL-Farga, A. (2023).** Citrus Waste as Source of Bioactive Compounds : Extraction and Utilization in Health and Food Indust
- **Maurya, A.K. ; Mohanty, S. ; Pal, A. ; Chanotiya, C.S. ; Bawankule, D.U.(2018).** L'huile essentielle des pelures de Citrus limetta Risso atténue l'inflammation cutanée : In-vitro and in-vivo study. *J. Ethnopharmacol.*, 212, 86-94.
- **Melle Mansouri Chaima ,Mme KeddarWahiba ,Mr Cheraka Imad Eddine (2022)** .évaluation de l'activité antioxydante et anti-inflammatoire des extraits bruts du Citrus aurantium dans la région d'AinTémouchent
- **M'Hiri, N. (2015).** Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur les phénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange «Maltaise demi sanguine» et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone (Doctoral dissertation, Université de Lorraine) p9-p10.
- **Miguel, M. G. (2010).** *Antioxidant and anti-inflammatory activities of essential oils: a short review.* *Molecules*, 15(12), 9252–9287. <https://doi.org/10.3390/molecules15129252>
- **Mimouni, C. (2023).** Plans de développement agricole en Algérie : Etat des lieux et leur impact sur la production agricole de 2000 à 2019. *Revue Finance & marchés*, 10(2), 121-142.
- **Mohammed, J. K., Mahdi, A. A., Ma, C., Al-Maqtari, Q. A., Al-Ansi, W., Mahmud, A., Elkhedir, A. E., & Wang, H. (2021).** Application of argun fruit polysaccharide in microencapsulation of *Citrus aurantium* L. essential oil: Preparation, characterization, and evaluating the storage stability and antioxidant activity. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 15, 155–169. <https://doi.org/10.1007/s11694-020-00629-4>
- **Mokretari, O. (2017).** *Étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles de deux variétés d'orange amère (Citrus aurantium) de la région de la Mitidja et évaluation de quelques activités biologiques* [Mémoire de Master, Université Saad Dahleb de Blida]. DSpace Université de Blida.
- **Mondello, L., Sciarrone, D., Casilli, A., Costa, R., & Dugo, P. (2022).** *Characterization of volatile fraction of Citrus aurantium essential oil by HPLC-*

*HRGC. Journal of Chromatography A*, **1650**, 462294.  
<https://doi.org/10.1016/j.chroma.2021.462294>

- **Moulehi, I. ; Bourgou, S. ; Ourghemmi, I. (2012).** Tounsi, M.S. Variété et impact du mûrissement sur la composition phénolique et l'activité antioxydante des extraits de graines de mandarine (*Citrus reticulata* Blanco) et d'orange amère (*Citrus aurantium* L.). *Ind. Crops Prod.* P 39, 74-80 <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.02.013>
- **Müller L., Gnoyke S., Popken A.M., V. Böhm V. (2010).** Antioxidant capacity and related parameters of different fruit formulations. *LWT - Food Science and Technology*, 43: 992–999.
- **Multari, S., Guzzon, R., Caruso, M., Licciardello, C., Martens, S. (2021).** Alcoholic fermentation of citrus flavedo and albedo with pure and mixed yeast strains : Physicochemical characteristics and phytochemical <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111133> profiles. *LWT*, 144, 111133.
- **Musara, C., Aladejana, E. B., Mudyiwa, S. M. (2020).** Review of the nutritional composition, medicinal, phytochemical and pharmacological properties of *Citrus reticulata* Blanco (*Rutaceae*) (9:1387). *F1000Research*. <https://doi.org/10.12688/f1000research.27208.1>
- **National Association for Holistic Aromatherapy. (n.d.). (2023).** Aromatherapy: Overview of essential oils. [https://naha.org/explore\\_aromatherapy/about-aromatherapy/overview-of-essential-oils/](https://naha.org/explore_aromatherapy/about-aromatherapy/overview-of-essential-oils/)
- **Okla, M.K. ; Alamri, S.A. ; Salem, M.Z.M. ; Ali, H.M. ; Behiry, S.I. ; Nasser, R.A. ; Alaraidh, I.A. ; Al-Ghtani, S.M. ; Soufan, W. Yield,(2019).** phytochemical, constituents, and antibacterial activity of essential oils from the leaves/twigs, branches, branch wood, and branch bark of sour orange (*Citrus aurantium* L.). *Processes* P, 7, 363.
- **Olle M., Bender I. et Koppe R. (2010).** Le contenu des huiles dans les cultures ombellifères et sa formation. *Agronomy Research*, 8 (3), 687-696.
- **Oloyede OI, 2005.** Chemical profile of Unripe Pulp of *Carica papaya*. *Pak J Nutr*; 4.P379 - 381.
- **Oreopoulou, V., Tzia, C. (2007).** In *Utilization of By-products and Treatment of Waste in the Food*, chapitre 11: Utilization of plant by-products for the recovery of proteins, dietary fibers, antioxidants and colorants. Springer, USA : 209-232.

- **OUALI Thili** & **SADOUNI Yamina** (2017). Evaluation in vitro des activités antioxydante et anti inflammatoire des huiles essentielles de l'écorce de Citrus limon. Mémoire de Fin de Cycle En vue de l'obtention du diplôme MASTER. Université A. MIRA – Bejaia.
- **Ouldyeou, K., Benkhaled, A., Bendif, H.** (2020). Journal of Advanced Research in Science and Technology, P 7(1), 79-91.
- **Ozdemirli, N., & Kamiloglu, S.** (2024). Influence of industrial blanching, cutting, and freezing treatments on in vitro gastrointestinal digestion stability of orange (*Citrus sinensis* L.) and lemon (*Citrus limon* L.) peel polyphenols. Journal of the Science of Food and Agriculture, 104(4), 2165-2173. <https://doi.org/10.1002/jsfa.13101>.
- **Pasandideh, S. ; Arasteh, A.** (2021). Évaluation des propriétés antioxydantes et inhibitrices de Citrus aurantium L. sur l'activité de l'acétylcholinestérase et la production de nano fibrilles amyloïdes. Int. J. Biol. Macromol. P 182, 366-372. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.04.043>
- **Periyamayagam, K. ; Dhanalakshmi, S. ; Karthikeyan, V. ; Jagadeesan, M.** Phytochemical studies and GC/MS analysis on the isolated essential oil
- **Putnik, P., Bursać Kovačević, D., Režek Jambrak, A., Barba, F. J., Cravotto, G., Binello, A., Lorenzo, J. M., Shpigelman, A.** (2017). Innovative “Green” and Novel Strategies for the Extraction of Bioactive Added Value Compounds from Citrus Wastes—A Review. *Molecules*, 22(5), 680. <https://doi.org/10.3390/molecules22050680>
- **Rafiq, S., Kaul, R., Sofi, S., Bashir, N., Nazir, F. Nayik, G. A.** (2016). Citrus peel as a source of functional ingredient: A review. Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences. doi.org/10.1016
- **Ramful, D., Bahorun, T., Bourdon, E., Tarnus, E., Aruoma, O. I.** (2010). Bioactive phenolics and antioxidant propensity of flavedo extracts of Mauritian citrus fruits: Potential prophylactic ingredients for functional foods application. *Toxicology*, 278(1), 75-87.
- **Règlement (CE) no 1334/2008** du parlement Européen et du conseil du 16 décembre 2008, relatif aux arômes et aux ingrédients alimentaires aux propriétés aromatisantes.
- **Ribéreau-Gayon, P.** (1972). Propriétés chimiques des phénols. In "les composés phénoliques des végétaux ". Edition Dunod Paris, p: 29-57.

- **Richa, R., Kohli, D., Vishwakarma, D., Mishra, A., Kabdal, B., Kothakota, A., Richa, S., Sirohi, R., Kumar, R., Naik, B. (2023d).** Citrus fruit : Classification, value addition, nutritional and medicinal values, and relation with pandemic and hidden hunger. *Journal of Agriculture and Food Research*, 14, 100718. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2023.100718>
- **Roux D. (2008).** Conseils en aromathérapie. 2ème édition, Pro-Officina, p.187.
- **Saber M. 2022.** *Étude phytochimique et contribution à la valorisation de Tetraclinis articulata Masters et de ses sous-produits.* Thèse de Doctorat, Université Mohammed V, Faculté des Sciences de Rabat, Centre des Sciences des Matériaux, Laboratoire de Matériaux, Nanotechnologies et Environnement, 25 juin 2022, 135 p.
- **Sarrou, E. ; Chatzopoulou, P. ; Dimassi-Theriou, K. ; Therios, I.(2013).** Volatile constituents and antioxidant activity of peel, flowers and leaf oils of *Citrus aurantium L.* growing in Greece. *Molecules*, 18, 10639-10647. <https://doi.org/10.3390/molecules180910639>
- **Sawssan Maksoud, Roula M Abdel-Massih, Hiba N Rajha, Nicolas Louka, Farid Chemat, (2021)** .*Citrus aurantium L.* Active Constituents, Biological Effects and Extraction Methods. An Updated Review. *Molecules*, 26 (19), pp.5832. [10.3390/molecules26195832](https://doi.org/10.3390/molecules26195832) . hal-03480295
- **Schimmenti, E., Borsellino, V., Galati, A. (2013).** Growth of citrus production among the Euro-Mediterranean countries: Political implications and empirical findings. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 11(3), 561-577.
- **Selles C. (2012).** Valorisation d'une plante médicinale à activité antidiabétique de la région de Tlemcen: *Anacyclus pyrethrum L.* Application de l'extrait aqueux à l'inhibition de corrosion d'un acier doux dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 M (Doctoral dissertation).
- **Shan, Y.(2016)** .Functional Components of Citrus Peel. Dans *Comprehensive Utilization of Citrus By-Products* ; Academic Press : San Diego, CA, USA ; pp. 1-13. ISBN 9780128097854.
- **Sharma, S.; Barkauskaite, S.; Jaiswal, A.K.; Jaiswal, S.(2021).** Essential oils as additives in active food packaging. *Food Chem.* , 343, 128403
- **Siddartha Baliyan, Mukherjee, R., Anjali Priyadarshini, Arpana Vibhuti, Gupta, A., Pandey, R. P., Chang, C.-M. (2022).** Determination of Antioxidants by DPPH Radical Scavenging Activity and Quantitative Phytochemical Analysis of *Ficus religiosa*. *Molecules*, 27(4), 1326–1326. <https://doi.org/10.3390/molecules27041326>

- **Singh, B. ; Singh, J.P. ; Kaur, A. ; Yadav, M.P.(2021)** .Aperçu de composition chimique et des bioactivités des huiles essentielles d'écorces d'agrumes.Food Res., 143, 110231.
- **Singleton V.L and Rossi J.A.J. (1965)**. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. Amer. J. Enol. Viticult. 16:144-58.
- **Slimani S.( 2010)**. *Activité antioxydante et antibactérienne des extraits phénoliques d'une plante médicinale Eucalyptus globulus*. Mémoire de Magister, Université Abderrahmane Mira-Bejaïa, Algérie, 98 p.
- **Sophie Deterre, Barbara Rega, Julien Delarue, Martine Decloux, Marc Lebrun,(2012)**. Identification of key aroma compounds from bitter orange (*Citrus aurantium* L.) products: essential oil and macerate distillate extract. Flavour and Fragrance Journal, 27, pp.77- 88. hal-04695227v2 <https://doi.org/10.1002/ffj.2087>
- **Suntar, I. ; Khan, H. ; Patel, S. ; Celano, R. ; Rastrelli, L.(2018)**. Aperçu du *Citrus aurantium* L. : ses fonctions en tant qu'ingrédient alimentaire et agent thérapeutique . *Oxid. Med. Cell. Longev.*, 2018, 7864269 Clinical Pharmacology of *Citrus aurantium* and *Citrus sinensis* for the Treatment of Anxiety - Mannucci - 2018 - Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine - Wiley Online Library
- **Suri, S., Singh, A., Nema, P. K., Malakar, S., Arora, V. K. (2022)**. Sweet lime (*Citrus limetta*) peel waste drying approaches and effect on quality attributes, phytochemical and functional properties. Food Bioscience, 48, 101789.
- **Suryawanshi, J.A.S.(2011)**. An overview of *Citrus aurantium* used in treatment of various diseases. Afr. J. Plant Sci. 5, 390-395.
- **Talbi, H., Allali, H., Benabadji, N. (2015)**.Evaluation de l'activité antioxydante et la composition physico-chimique des extraits méthanolique et aqueux de la *Nigella sativa* L." Journal of Materials and Environmental Science 6.4 ; 1111-1117.
- **Tejada, S., Pinya, S., Martorell, M., Capó, X., Tur, J. A., Pons, A., Sureda, A. (2018)**. Potential anti-inflammatory effects of hesperidin from the genus citrus. Current medicinal chemistry, 25(37), 4929-4945.
- **Teneva, D. ; Denkova-Kostova, R. ; Goranov, B. ; Hristova-Ivanova, Y. ; Slavchev, A. ; Denkova, Z. ; Kostov, G.(2019)**. Chemical composition, antioxidant activity and antimicrobial activity of essential oil from *Citrus aurantium* L zest against some pathogenic microorganisms. Zeitschrift fur Naturforsch. Sect. C J. Biosci. 2019, 74, 105-111.

- **Teuscher, E., Anton, R., Lobstein, A. (2005).** Plantes aromatiques: épices, aromates, condiments et huiles essentielles. Tec & Doc.
- **Tisserand, R., Young, R. (2014).** Essential oil safety: a guide for health care professionals (2nd ed.). Churchill Livingstone Elsevier.
- **Torquato L. D. Pachiega R. Crespi M. S. Nespeca M. G. de Oliveira J. E. Maintinguer S.I., (2017):** Potential of biohydrogen production from effluents of citrus processing industry using anaerobic bacteria from sewage sludge. Waste management,59, 181-193
- **Trease E et Evans W.C, (1987).** PharmacognosyBilliaire. Ed. Tindall London. 13 : P61 62.
- **Trease G.E et Evans W.C, (1989).** A textbook of Pharmacognosy (13th edition) BacilluereTinal Ltd, London.
- **Tundis, R. ; Loizzo, M.R. ; Bonesi, M. ; Menichini, F. ; Mastellone, V. ; Colica, C. ; Menichini, F.2012.** Étude comparative de la capacité antioxydante et de l'activité inhibitrice de la cholinestérase des huiles essentielles de Citrus aurantifolia Swingle, C. aurantium L. et C. bergamia Risso et Poit. Peel Essential Oils. J. Food Sci., 77, 40-46.
- **Usman, H., Abdulrahman, F. I., Usman, A. (2009).** Qualitative phytochemical screening and in vitro antimicrobial effects of methanol stem bark extract of Ficus thonningii (Moraceae). African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines, 6(3);112.
- **Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernández-López, J., Pérez-Álvarez, J. A. (2008).** Antibacterial activity of different essential oils obtained from spices widely used in Mediterranean diet. *International Journal of Food Science & Technology*, 43(3), 526–531. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2006.01495.x>
- **Xie , D.; Zhou, Y.; Wang, Y.; Xu, L.; Yang, C.; Zhang, G.; Zhang, H.; Du, Q.; Jin, P.(2024)** Insight into sensory characteristics and volatile differences of freeze-dried Citrus aurantium L. var. amara Engl. flower essential oil-casein phospholipid nanocomposites sustained-release scented tea by combining GC-E-nose and SBSE-GC-MS. Food Control , 166, 110714.
- **YARA., (2023) :** Production mondiale d'agrumes par Nicolas Broutin.
- **Yeoh S., Shi J., Langrish T A G. (2008).** Comparisons between different techniques for waterbased extraction of pectinfrom orange peels. Desalination, 218 : 229-237.

- **Zekri F. (2016).** Contribution à l'étude des propriétés insecticides du Laurier noble, *Laurus nobilis* L. (Lauraceae), sur un insecte ravageur des denrées stockées, *Ephestia kuehniella* (Lepidoptera, Pyralidae). Master académique en science biologique. Université des Frères Mentouri. Constantine. P.40.
- **Zhong, G., Nicolosi, E. (2020).** Citrus Origin, Diffusion, and Economic Importance. In A. Gentile, S. La Malfa, & Z. Deng (Éds.), *The Citrus Genome* (p. 5-21). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-15308-3\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-030-15308-3_2).
- **Zhou, L., Chen, X., Ma, Y., Wu, Q., Zhang, Y., Yang, W. (2023).** Application of argun fruit polysaccharide in microencapsulation of *Citrus aurantium* L. essential oil: Preparation, characterization, and evaluating the storage stability and antioxidant activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 234, 124025. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124025>
- **Ziaur et Al (2006)** Food Chemistry Citrus peel extract – A natural source of antioxidant Volume 99, Issue 3, Pages 450-454

# **ANNEXE**



Refractomètre



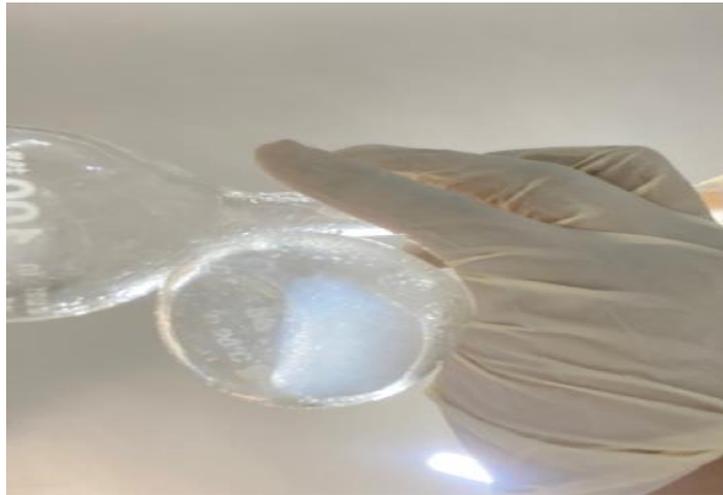
Plaque chauffante avec agitation



Etuves



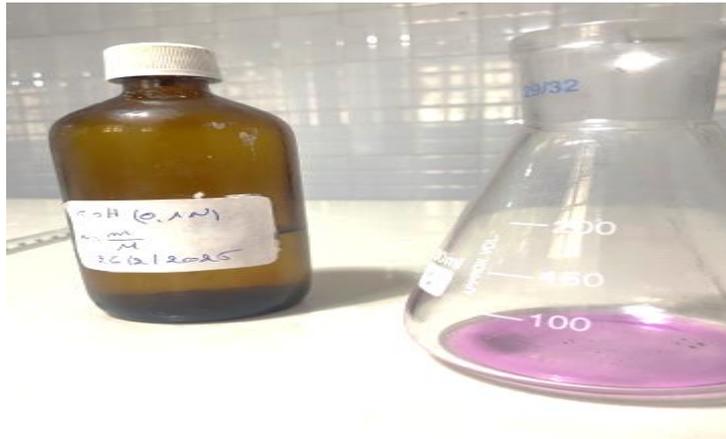
Balance analytique



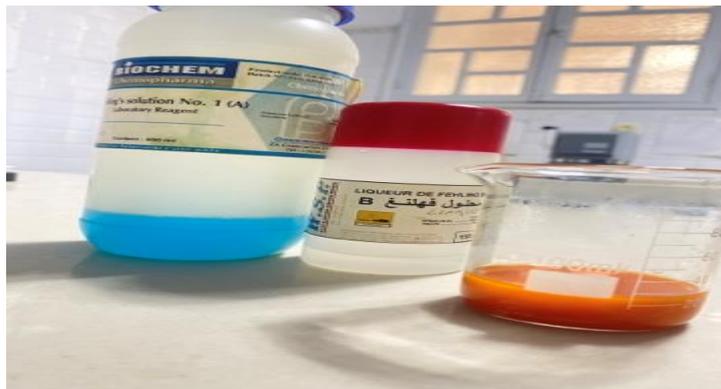
**La miscibilité dans l'éthanol d'HE**



**Indice d'acide avant titration**



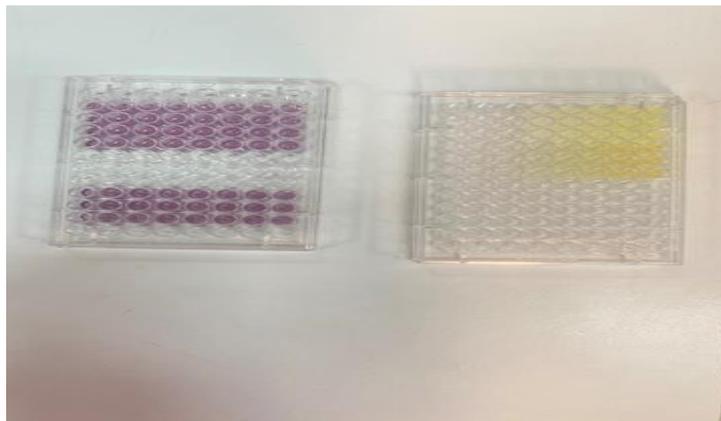
## Indice d'acide d'HE après titration



## Résultats et réactifs d'analyse glycosique



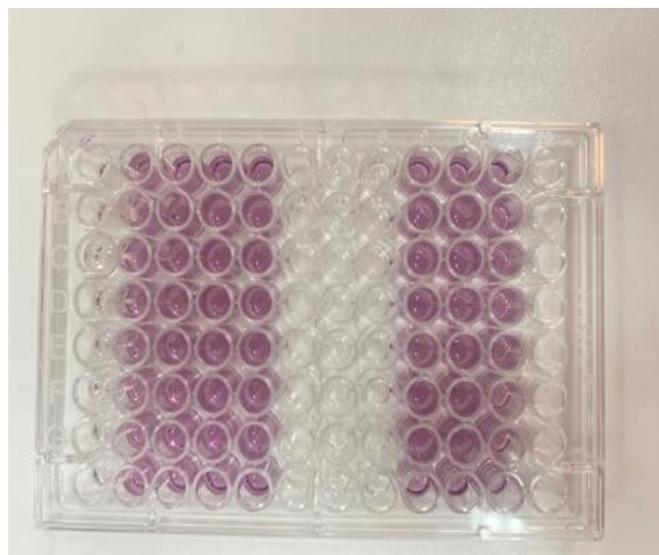
**Spectrophotomètre Biotek**



**Plaque de l'analyse DPPH**



## Préparation des dilutions



## Test DPPH



## Dosage des Polyphénols et flavonoïdes



## Activité antioxydante



## Lecture des absorbances