

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
LABORATOIRE SCIENCES ET TECHNIQUES DE L'ENVIRONNEMENT



Mémoire de Master
SUJET

**Récupération de Composés Bioactifs à
partir de Rejets de l'Industrie
Agro-Alimentaire**

Présenté par
FRITAH Khadidja

Jury

Présidente :	Mme HELLAL Amina	Professeur, ENP
Promotrice :	Mme BOUTEKEDJIRET Chahrazed	Professeur, ENP
Examineur :	Mr NAMANE Abdelkader	MCA, ENP

Promotion JUIN 2015

ENP 10, Avenue Hassen Badi, 16200 El Harrach, ALGER

DEDICACES

A la mémoire de ma Mère

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord ma promotrice **Mme BOUTEKEDJIRET Chahrazed**, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique, pour m'avoir si bien suivie et encadrée tout au long de mon travail.

Mes sincères remerciements à **Mme A. HELLAL** Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique pour l'honneur qu'elle nous fait de présider le jury ainsi qu'à **Mr A. NAMANE** Maitre de Conférences A pour avoir accepté de juger ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à **Melle Meryem Boukroufa**, doctorante au sein du Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement (LSTE), pour son aide, sa présence, son orientation et ses conseils.

Je tiens aussi à remercier l'ensemble de ma famille et en particuliers mes sœurs **Wassila** et **Imene** pour leurs encouragements et leur soutien de tous les instants.

Mes vifs remerciements vont aussi à tous mes amis qui m'ont aidé de prêt ou de loin, tout au long de mes études et notamment durant ce mémoire.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
PARTIE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	3
I.INDUSTRIE AGROALIMENTAIRE	3
I.1. Définition	3
I.2. Rejets de l'industrie agroalimentaire.....	3
I.3. Valorisation des déchets agroalimentaires	4
II.LES AGRUMES.....	4
II.1. Historique	4
II.2. Classification et variétés	5
II.3. Production mondiale	5
II.4. Utilisation	5
II.5. Composition chimique	6
II.6. Composition des pépins d'agrumes	7
III. LES POLYPHENOLS	7
III.1. Définition.....	7
III.2. Structure et classification	7
III.3. Importance des polyphénols	8
III.4. Activité antioxydante des polyphénols.....	8
III.5. Méthodes de détermination de l'activité antioxydante.....	9
IV. LES PROCEDES D'EXTRACTION.....	9
IV.1. Extraction conventionnelle, en batch ou macération.....	10
IV.2. Extraction assistée par ultrasons	10
IV.2.1. Définition des ultrasons.....	11
IV.2.2. Applications des ultrasons.....	12
PARTIE II : MATERIELS ET METHODES	13
I.MATIERE VEGETALE	13
II. INSTALLATIONS EXPERIMENTALES	13
II.1. Extraction des polyphénols.....	14
II.1.1. Extraction assisté par ultrasons	14
II.1.2. Extraction conventionnelle.....	14
III. METHODES DE CALCUL ET DE MESURE.....	15
III.1. Taux d'humidité.....	15
III.1.1. Principe de fonctionnement	15
III.2. Dosage des polyphénols totaux.....	15
III.2.1. Mode opératoire.....	15

III.2.2. Courbe d'étalonnage.....	16
PARTIE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS	17
I. INFLUENCE DE L'ETAT DES PEPINS SUR L'EXTRACTION ASSISTEE PAR ULTRASONS	17
II. INFLUENCE DE LA PUISSANCE ULTRASONORE.....	18
III. EXTRACTION PAR MACERATION CONVENTIONNELLE	20
IV. ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES PROCEDES D'EXTARCTION AVEC ET SANS ULTRASONS	21
V. ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES PROCEDES CONVENTIONNEL, L'EXTRACTION ASSISTE PAR MICRO-ONDE ET L'EXTRACTION ASSISTE PAR ULTRASONS.....	22
CONCLUSION	24
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	26

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Les grandes familles des polyphénols	8
Figure 2 : Fréquences des ondes sonores et leurs applications	11
Figure 3 : Protocole expérimental de l'extraction des polyphénols des pépins d'orange	13
Figure 4 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	16
Figure 5 : Rendement en polyphénols en fonction de l'état des pépins pour les ultrasons.....	18
Figure 6: Influence de la puissance ultrasonore sur le rendement en polyphénols des pépins entiers	198
Figure 7: Influence de la puissance ultrasonore sur le rendement en polyphénols des pépins broyés	19
Figure 8 : Rendements en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction conventionnelle	20
Figure 9: Rendements en polyphénols en fonction de l'état et du traitement des pépins d'orange.....	21
Figure 10 : Rendement en polyphénols en fonction du traitement des pépins broyés.....	23

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Rendement en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction assistée par ultrasons.....	17
Tableau 2 : Rendements en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction conventionnelle.....	20
Tableau 3: Etude comparative de l'extraction avec et sans ultrasons des polyphénols de pépins d'orange	21
Tableau 4 : Etude comparative entre la macération, l'EAM et l'EAU.....	22

INTRODUCTION

L'utilisation des molécules anti-oxydantes de synthèse est actuellement remise en cause en raison des risques toxicologiques potentiels. Désormais, de nouvelles sources végétales d'antioxydants naturels sont recherchées. En effet, les polyphénols, des composés naturels largement répandus dans le règne végétal, ont une importance croissante, notamment, grâce à leurs effets bénéfiques sur la santé. Ces composés sont largement recherchés pour leurs propriétés biologiques : anti-oxydantes, anti-inflammatoires, antiallergiques et anti-carcinogènes. Il a été mis en évidence que l'efficacité puissante de ces substances à stopper les réactions radicalaires, en neutralisant les radicaux libres, est due, pour la plupart, à leurs structures phénoliques.

Des recherches scientifiques ont été développées pour l'extraction, l'identification et la quantification de ces composés à partir des différentes sources, telles que les cultures agricoles et horticoles ou les plantes médicinales. En plus de ces sources il y'a les déchets de l'industrie agroalimentaire qui constituent une source de substances ayant des activités antioxydantes et biologiques très variées et dont la connaissance constituerait une raison pour la valorisation de ces déchets par l'extraction des produits à haute valeur ajoutée qu'ils contiennent, en utilisant des procédés de plus en plus performants.

C'est dans cette optique que nous avons entrepris notre étude sur la valorisation des pépins d'orange pour la récupération de composés bioactifs. Notre travail s'intéresse à l'extraction des polyphénols des pépins d'orange par l'application de différents procédés d'extraction. Pour ce faire la récupération des polyphénols, a été réalisée par deux procédés à savoir : l'extraction assistée par ultrasons et l'extraction conventionnelle par macération.

L'objectif de notre travail est :

- L'étude des différents procédés d'extractions afin d'approcher les conditions opératoires nécessaires à une extraction optimale des composés recherchés,
- L'évaluation de l'activité antioxydante de ces composés.

Le mémoire se compose de trois parties :

- La première partie est consacrée à une étude bibliographique qui portera sur la l'industrie agro-alimentaire, les rejets de cette industrie ainsi que leur valorisation. Des généralités sur les agrumes, les polyphénols, ainsi que sur les procédés d'extractions seront également présentées.
- La seconde partie portera sur les installations expérimentales et les méthodes de calculs et de mesures utilisées pour réaliser cette étude.
- Les résultats obtenus et leurs interprétations seront présentés dans la troisième partie, suivis d'une conclusion et des perspectives.

PARTIE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.INDUSTRIE AGROALIMENTAIRE

I.1. Définition

L'industrie agroalimentaire est l'ensemble des activités industrielles qui transforment des matières premières issues de l'agriculture, de l'élevage ou de la pêche en produits alimentaires destinés essentiellement à la consommation humaine. Le secteur de l'agroalimentaire peut ainsi être défini en deux sous-ensembles :

➤ L'industrie agroalimentaire qui transforme des produits vivants élevés, des plantes et fruits cultivés en produits alimentaires finis, prêts à la consommation. Très hétérogène, ce secteur recouvre plusieurs familles d'activités, elles-mêmes subdivisées en de nombreux domaines. Trois activités sont qualifiées d'artisanales : la charcuterie, la boulangerie-pâtisserie et la pâtisserie. Il existe aussi des filières beaucoup plus concentrées et automatisées telles que la sucrerie, la brasserie, l'huilerie, l'industrie laitière, la meunerie et les boissons.

➤ L'agriculture élève les produits vivants, cultive les plantes et fruits, et les fournit à l'industrie agroalimentaire.

I.2. Rejets de l'industrie agroalimentaire

Les déchets de l'industrie agroalimentaire sont composés en grande majorité de déchets organiques. Les déchets organiques des industries agroalimentaires désignent l'ensemble des déchets générés par les industries agroalimentaires de transformation et de conditionnement de produits alimentaires animaux ou végétaux .Ils présentent une variabilité saisonnière marquée ainsi qu'une grande diversité et hétérogénéité (lactosérum, marcs de raisin, déchets de légumes ou de fruits, déchets de l'industrie de la viande...). Parmi ces déchets certains peuvent subir une fermentation (Utilisation pour la méthanisation). On distingue les déchets d'origine animale, générés par les abattoirs, les industries laitières et fromagères, et les déchets d'origine végétale générés par les industries vitivinicoles, les conserveries, les brasseries et l'industrie sucrière. Les déchets des industries agroalimentaires peuvent être aussi des déchets d'emballages et de déchets minéraux comme les cendres et

sous-produits de traitements à la chaux. Exemples : cendres issues de l'incinération du marc de café, écumes de défécation (la défécation est le traitement des jus de betteraves sucrières à la chaux).

I.3. Valorisation des déchets agroalimentaires

La valorisation de sous-produits et de résidus agroalimentaires représente une option économique attrayante pour les entreprises, puisqu'elle permet de réduire ou éliminer leurs coûts de disposition des résidus, tout en générant un deuxième revenu.

Ils existent plusieurs méthodes de valorisation des rejets afin d'aboutir à un gain environnemental et économique. Pour valoriser ces déchets, il est important de bien connaître leurs caractéristiques, de s'assurer de leur caractère valorisable et de veiller aux conditions de transport, stockage, et de collecte.

Certains déchets sont triés, stérilisés et transformés pour être servi sous forme d'aliments pour le bétail ou les animaux domestiques. D'autres sont épandus sur les sols agricoles soit directement, soit après compostage avec des déchets verts ; ainsi que la combustion qui apporte une solution de remplacement à l'utilisation du fioul (les déchets secs, les marcs de raisin et leurs coproduits peuvent être incinérés).

Les agrumes sont un bon exemple de transformation des produits agricoles à grande échelle. Leur transformation conduit à l'apparition d'une gamme variée de sous-produits et déchets composés notamment de pulpe de fruits, de peaux, et de pépins. L'utilisation de ces résidus est une exigence fondamentale de l'industrie de transformation des fruits, non seulement pour des raisons économiques, mais aussi pour réduire l'impact environnemental grave que cela pourrait induire en cas d'abandon.

II.LES AGRUMES

II.1. Historique

Les agrumes constituent l'ensemble des fruits comestibles du genre *Citrus*. Leur origine se situe en Chine, Insulinde et Inde où des traces de leur culture ont été trouvées dès le septième siècle avant J.C. Les échanges commerciaux et conquêtes militaires ont facilité la dispersion des agrumes dans le monde. Elle s'est faite dans un premier temps par la voie

terrestre, via l'Asie Mineure et le Moyen-Orient, puis s'est accélérée grâce aux échanges maritimes dès le XVIème siècle. Les agrumes sont aujourd'hui distribués un peu partout dans le monde [1, 2].

II.2. Classification et variétés

Sous le terme «agrumes» sont regroupées de nombreuses espèces des genres botaniques *Citrus*, *Fortunella* et *Poncirus*, tous membres de la famille des *Rutacées*. La famille des *Rutacées* comprend 140 genres et 1300 espèces [3, 4].

Ci-dessous sont citées quelques variétés d'agrumes [5, 6].

- ◆ *Citrus sinensis* qui correspond aux oranges douces ;
- ◆ *Citrus aurantium* qui correspond aux oranges amères (bigarades) ;
- ◆ *Citrus paradisi* qui correspond aux pamplemousses ;
- ◆ *Citrus reticulata* qui correspond aux mandarines ;
- ◆ *Citrus limon* qui correspond aux citrons.

II.3. Production mondiale

Les agrumes sont les fruits les plus produits dans le monde, avec une production annuelle d'environ 115,5 millions de tonnes, dont les plus importants sont les oranges (70,6 millions de tonnes), les mandarines (25,5 millions de tonnes), citrons et limes (12,9 millions de tonnes) et les pamplemousses (6,4 millions de tonnes). Ce sont les fruits les plus consommés dans le monde et ils sont une composante importante dans notre alimentation quotidienne [3].

Les principaux pays producteurs sont : le Brésil, la Chine, le Japon, le Mexique, le Pakistan, les Etats-Unis et les pays de la région méditerranéenne [7, 8].

II.4. Utilisation

Les agrumes sont d'une grande importance économique en raison de leurs usages variés. Ils sont cultivés pour leurs fruits qui sont consommés frais ou transformés, et pour leurs huiles essentielles [9].

La consommation de fruits et des jus d'agrumes a été largement étudiée pour leurs rôles dans la prévention des différentes maladies (cardiovasculaires, cancérigènes). Les composés présents dans les fruits d'agrumes exercent plusieurs actions sur le corps humain : antiallergiques, antibactériennes, antivirales[10]. Leurs effets bénéfiques reviennent entre autre aux composés phénoliques qu'ils contiennent [11, 12].

Environ 80% de la récolte d'agrumes est utilisée par l'industrie des jus [9]. Cependant, au cours du processus d'extraction des jus d'agrumes, de grandes quantités de déchets sont produites. Ces quantités constituées d'écorces, et de graines représentent environ 50% des fruits transformés, et pose un grand problème pour leur élimination [13].

Des études ont montré que les sous-produits d'agrumes sont une source de composés bioactifs ; tels que les épiluchures riche en composés phénoliques [11, 14], huile essentiel [15] et pectine [16] ; et les pépins qui contient des composés phénoliques [17] .

La récupération de ces composés offre de nouvelles possibilités pour la formulation de produits d'intérêt dans divers domaines tels que l'industrie agro-alimentaire (compléments alimentaires et aliments fonctionnels), pharmaceutique (produits antibactériens, antiviraux, anti-inflammatoires, et antiallergiques), et dans l'industrie cosmétique [17, 18].

II.5. Composition chimique

La composition des constituants d'agrumes dépendent de la maturité des fruits, de l'origine géographique, de la saison de croissance et les conditions de stockage après récolte, et du mode de récupération [19, 20].

Les fruits d'agrumes contiennent des sucres, des polysaccharides, des acides organiques, des polyphénols, des vitamines, des sels minéraux et des lipides [19, 21]. Parmi les composés bioactifs trouvés dans les fruits d'agrumes, il y a les flavanones (hespéridine et naringine), les acides phénoliques (acide férulique, acide caféique), les limonoids (limonine et nomilin), l'acide L-ascorbique, les caroténoïdes (β - carotène) et les terpènes volatiles (d-limonène). Ces composés bioactifs jouent un rôle important dans la santé humaine en raison entre autre de leur activité antioxydante [3, 22].

Parmi les éléments nutritifs présents dans les fruits d'agrumes, nous retrouvons les vitamines A, B, C, E, K, les sels minéraux, et les fibres [23].

II.6. Composition des pépins d'agrumes

L'extrait des pépins d'agrumes des stérols, des tocophérols et des acides gras. Parmi les acides gras trouvés : l'acide palmitique, l'acide oléique, l'acide stéarique, l'acide arachidique, l'acide linoléique et linoléique. Ces acides sont classés en deux catégories, les acides gras saturés : palmitique, stéarique, arachidique et les acides gras insaturés Linoléique, Linoléique et oléique. La composition des pépins d'agrumes et la teneur des composés varie selon le fruit d'agrumes [7, 24-26].

III. LES POLYPHENOLS

III.1. Définition

Les polyphénols sont des molécules synthétisées par les végétaux. Ils appartiennent à leur métabolisme secondaire et possèdent des propriétés antioxydantes. On les trouve, d'une manière générale, dans toutes les plantes vasculaires, où ils peuvent être localisés dans divers organes : racines, tiges, bois, feuilles, fleurs et fruits [14].

Les composés phénoliques végétaux principalement synthétisés dans le règne végétal regroupent environ 8000 composés connus à ce jour [27].

III.2. Structure et classification

Les polyphénols correspondent à une large série de structures chimiques. Leur élément structural de base est un noyau benzénique auquel sont directement liés un ou plusieurs groupes hydroxyles libres ou engagés dans une autre fonction chimique [28, 29].

Ils sont classés en différents groupes en fonction du nombre de noyaux aromatiques qui les composent et des éléments qui les relient. Les principaux groupes de polyphénols sont: les flavonoïdes, les acides phénoliques, les tanins (condensés et hydrolysables), les stilbènes et les lignanes [28, 29]. Une classification des polyphénols est donnée sur la figure 1.

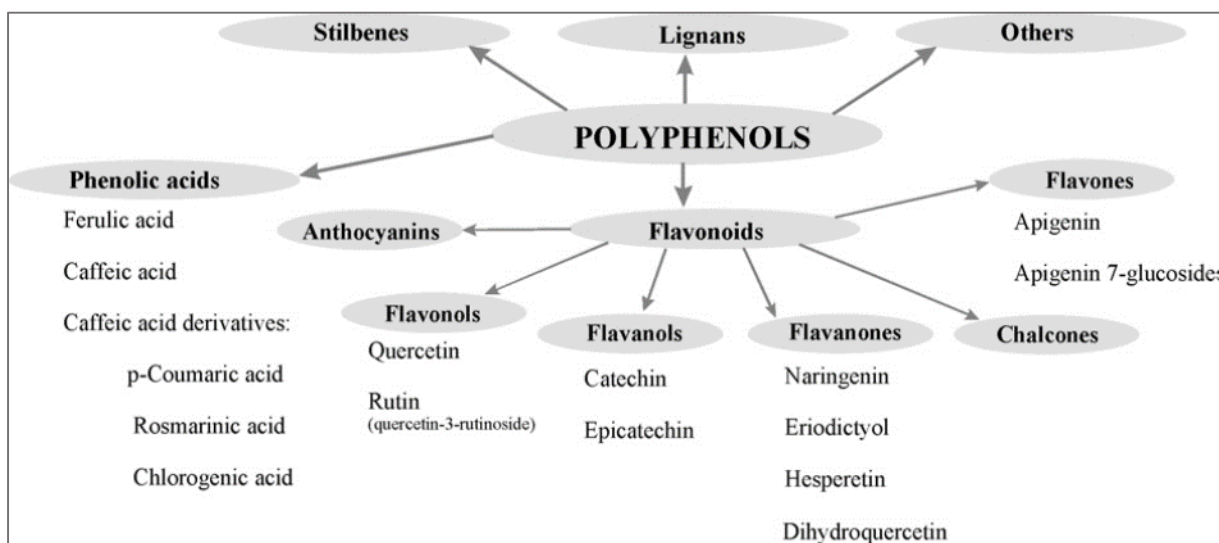


Figure 1 : Classification des polyphénols avec exemple pour chaque classe [25]

III.3. Importance des polyphénols

Les polyphénols ont une importance croissante en raison de leurs effets bénéfiques sur la santé. En effet, leur rôle d'antioxydants naturels suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires, cardiovasculaires et neurodégénératives [14]. Ils sont également utilisés comme additifs, ou comme agent de conservation dans l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

III.4. Activité antioxydante des polyphénols

La propriété la plus importante de la plupart des composés phénoliques est représentée par leur activité antioxydante. Celle-ci correspond à leur capacité à résister à l'oxydation. En effet, la plupart des antioxydants de synthèse ou d'origine naturelle possèdent des groupes hydroxy phénoliques dans leurs structures et les propriétés antioxydantes sont attribuées en partie, à la capacité de ces composés à piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyyles ($\text{OH}\cdot$) et superoxydes ($\text{O}_2\cdot$) [27, 30].

III.5. Méthodes de détermination de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. Les antioxydants les plus connus sont le β -carotène (provitamine A), l'acide ascorbique (vitamine C), le tocophérol (vitamine E) ainsi que les composés phénoliques. En effet, la plupart des antioxydants de synthèse ou d'origine naturelle possèdent des groupes hydroxyphénoliques dans leurs structures et les propriétés antioxydantes sont attribuées en partie, à la capacité de ces composés naturels à piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyles ($\text{OH}\cdot$) et superoxydes ($\text{O}_2\cdot$) [31, 32].

L'activité antioxydant est évaluée soit par le dosage des produits formés (en particulier des hydroperoxydes) par des techniques photométriques plus ou moins directes, soit par la mesure de l'efficacité du composé à piéger des radicaux libres. Plusieurs méthodes sont utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante nommées d'après le nom de la substance utilisée comme source de radicaux libres, par exemple : FRAP (Ferric reducing antioxidant power), ORAC (oxygen radical absorbance capacity), TEAC (Trolox équivalent antioxidant capacity) ou ABTS (2,2-azinobis 3-ethyl-benzothiazoline 6-sulphonate) et DPPH \cdot (2,2- diphenyl-1-picrylhydrazyl) etc. Il est à indiquer que différentes méthodes donnent des résultats assez différents et devraient être appliquées préférentiellement pour la comparaison de produits similaires [33].

IV. LES PROCEDES D'EXTRACTION

Ils existent plusieurs techniques d'extractions des composés bioactifs à partir de sources végétales. Ces techniques peuvent être dites conventionnelles (utilisées depuis longtemps) et nouvelles (développées plus récemment). Parmi les techniques conventionnelles on trouve la macération avec ou sans chauffage, et l'extraction par Soxhlet. Dans la catégorie des techniques nouvelles, nous pouvons citer l'extraction assistée par micro-ondes (Microwave Assisted Extraction) et l'extraction assistée par ultrasons (Ultrasound Assisted Extraction). Ce sont des techniques qui répondent à bon nombre d'exigences actuelles en termes de durabilité, de répétabilité et de respect de l'environnement, de vitesse et d'automatisation.

IV.1. Extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction. Au cours de l'extraction, la concentration du soluté dans le solide varie sans interruption, ce qui explique un état non stationnaire du transfert de matière. Une série de processus successifs a lieu traduisant l'interaction entre le solide contenant initialement le soluté et le solvant effectuant la séparation. Ces processus concernent :

- ◆ La diffusion du solvant au sein de la matrice solide,
- ◆ La dissolution du soluté dans le solvant,
- ◆ La diffusion du soluté dissous dans le solvant de la matrice solide vers la surface,
- ◆ Le transfert par convection ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant [34].

IV.1. Extraction conventionnelle, en batch ou macération

C'est la méthode la plus simple à mettre en œuvre pour l'extraction des métabolites secondaires contenus dans une matrice solide. Elle est basée sur l'utilisation de solvants seuls ou en combinaison choisis en fonction de la famille de composés à extraire. Le principe consiste à immerger la matrice solide dans le solvant pendant une durée déterminée. L'extrait est ensuite récupéré après évaporation du solvant. Parmi les inconvénients de cette méthode, nous pouvons citer les temps d'extraction assez longs, et de grandes quantités de solvant consommées.

IV.2. Extraction assistée par ultrasons

C'est une technique simple et efficace. Elle offre la possibilité de travailler à des températures relativement basses et d'éviter la thermodestruction des molécules. Avec un temps d'extraction plus court et une consommation en énergie plus faible, cette méthode permet d'obtenir de meilleurs rendements que les extractions classiques par solvants.

IV.2.1. Définition des ultrasons

Les ultrasons sont des ondes mécaniques ayant une fréquence supérieure à celle audible par les êtres humains (Figure 2) ce qui peut assurer une meilleure pénétration du solvant dans le matériel végétal et améliorer le transfert de matière.

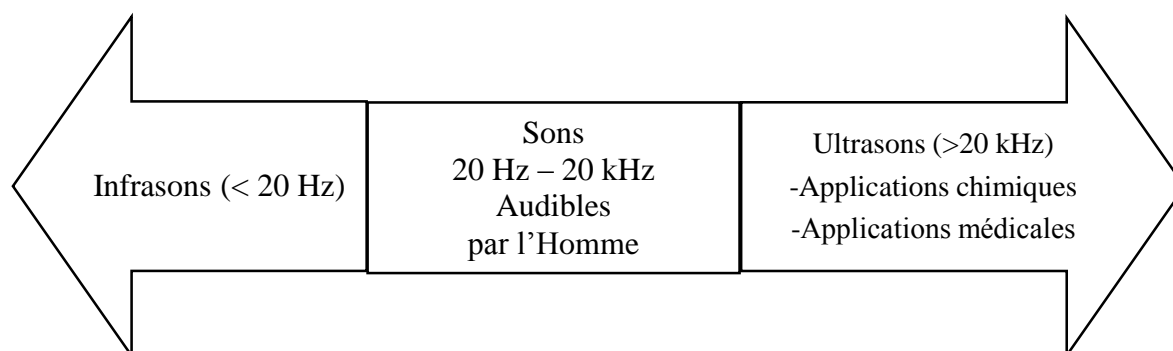


Figure 2 : Fréquences des ondes sonores et leurs applications [35]

Au-delà de 20 kHz, les ondes sonores génèrent des vibrations mécaniques dans un solide, un liquide ou un gaz. À la différence des ondes électromagnétiques, les ondes sonores peuvent se propager dans une matière où elles impliquent des cycles d'expansion et de compression lors de leur propagation dans le milieu. L'expansion peut créer des bulles qui se forment, se développent et s'effondrent dans le liquide. Près d'une surface solide, l'effondrement des bulles de cavitation est asymétrique et produit un jet de liquide à grande vitesse. Le jet liquide a un fort impact sur la surface solide qui libère le soluté à extraire [36].

L'extraction assistée par ultrasons de produits naturels d'origine végétale a fait l'objet de nombreux travaux publiés dans des revues scientifiques.

Parmi ces travaux :

- ♦ Extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques des raisins [37].
- ♦ Développement et validation de l'extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques des graines de lin [38].
- ♦ Extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques du laurier noble [39].
- ♦ Extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques des olives [40].

Dans toutes ces études une amélioration de la qualité des extraits et une diminution des durées de traitement ont été mises en évidence, ce qui montre l'efficacité de cette nouvelle technologie.

IV.2.2. Applications des ultrasons

Les applications des ultrasons sont variées. Ils sont utilisés pour le repérage d'obstacles (repérage de bâtiments sous-marins ennemis), le dégazage des métaux, la détection de défauts, pour l'usinage, et la soudure de certains matériaux. Les ultrasons sont également employés en industrie : la stérilisation de certains liquides, notamment du lait, la prospection de gisements minéraux, la déflagration d'explosifs commandée à distance, le nettoyage de certains corps, tels que les fûts de bois utilisé pour la fabrication du vin, et la soudure de matières plastiques.

Les ultrasons sont utilisés aussi en médecine pour le diagnostic et le traitement de différentes affections (échographie, doppler, ultrasonothérapie, lithotripsie) [41].

PARTIE II : MATERIELS ET METHODES

I. MATIERE VEGETALE

Les pépins d'orange utilisés pour les différents essais proviennent de la région de Blida. Ils ont été séchés à l'air libre et à l'abri de la lumière. Le taux d'humidité déterminé à l'aide d'un humidimètre de marque KERN est égal à 1,98 % pour les pépins entiers et 4,68 % pour les pépins broyés.

II. INSTALLATIONS EXPERIMENTALES

Les essais d'extraction des polyphénols des pépins d'orange ont été réalisés sur des pépins entiers et broyés selon les procédures représentées sur la figure 3.

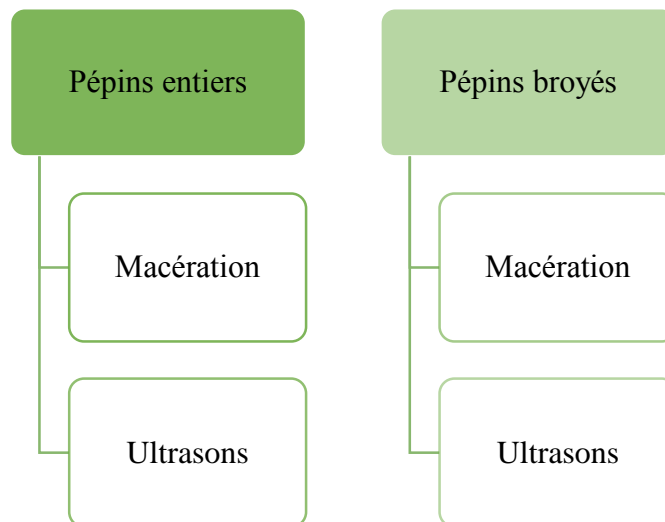


Figure 1 : Protocole expérimental de l'extraction des polyphénols des pépins d'orange.

II.1. Extraction des polyphénols

L'extraction des polyphénols des pépins d'orange a été réalisée par ultrasons, et par macération. Le solvant utilisé est un mélange (Ethanol – Eau : 80/20 %V), et le rapport Solide/ Solvant utilisé est 1/10 (g/ mL). Ces valeurs ont été choisies selon les données de la littérature [13]. Les essais ont été réalisés à température ambiante sur les pépins entiers, et broyés.

II.1.1. Extraction assistée par Ultrasons

Le dispositif expérimental utilisé pour l'extraction assistée par ultrasons comprend un homogénéisateur à ultrasons de type UP 200 Ht (Hielscher, Contes, France) fonctionnant à une fréquence de 26 kHz et une puissance de sortie maximale de 200 W. Le diamètre de la sonde ultrasons utilisée est de 7 mm. Le solvant utilisé est un mélange (Ethanol – Eau : 80/20 %V), et le rapport Solide/ Solvant utilisé est 1/10 (g/ mL). La température d'extraction a été contrôlée en utilisant un réacteur à double parois relié à un système de refroidissement.

On introduit 10g de pépins dans le réacteur à double parois, plus 100mL de solvant (Ethanol – Eau : 80/20 %V), et on plonge la sonde ultrasons dans le mélange pendant 7 minutes. Le mélange solvant-extrait est récupéré par une simple filtration.

II.1.2. Extraction conventionnelle

C'est la méthode d'extraction solide-liquide la plus simple. Le dispositif expérimental utilisé comprend un ballon dans lequel on introduit le mélange éthanol-eau (100mL) et 10g de matière végétale, puis l'ensemble est mis sous agitation à température ambiante pendant 3 heures. Ensuite le mélange solvant-extrait est récupéré par une simple filtration.

III. METHODES DE CALCUL ET DE MESURE

III.1. Mesure du taux d'humidité

La détermination de l'humidité se fait à l'aide d'un humidimètre. Ce dernier est simple d'utilisation et fonctionnel, Il sert à déterminer d'une façon rapide et fiable l'humidité contenue dans des matières liquides, poreuses ou solides.

III.1.1. Principe de fonctionnement

Avec le rayonnement halogène mis en œuvre dans l'humidimètre, la majeure partie du rayonnement pénètre dans l'échantillon où il se transforme en une chaleur rayonnant de l'intérieur vers l'extérieur. Une petite partie du rayonnement halogène est réfléchi par l'échantillon ; ce phénomène est moins important avec les échantillons sombres qu'avec les clairs. La profondeur de pénétration du rayonnement halogène dépend de la perméabilité de l'échantillon. Sur les échantillons peu perméables, le rayonnement halogène pénètre uniquement dans les couches supérieures, ce qui peut produire une dessiccation incomplète, une croûte sèche, ou une combustion. C'est pourquoi la préparation de l'échantillon constitue une opération extrêmement importante.

Notre mesure a été faite sur un échantillon de 2g de matière végétale qui a été soumis à une température de 120°C, tel que le système atteint cette température avec une forte puissance de chauffe et la maintient avec de légères suroscillations.

III.2. Dosage des polyphénols totaux

L'évaluation de l'activité anti-oxydante a été réalisée par la méthode de dosage des phénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce réactif est constitué d'un mélange d'acide phospho tungstique et d'acide phospho molybdique. L'oxydation des phénols réduit ce réactif en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. L'intensité de la couleur est proportionnelle au taux de composés phénoliques oxydés. La mesure de cette dernière se fait au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm, et rapportée à une courbe d'étalonnage, donnant la variation de l'absorbance en fonction de la concentration en acide gallique.

III.2.1. Mode opératoire

Dans un tube à essai on met 20 μ L d'extrait à l'aide d'une micropipette puis on ajoute 2mL du réactif Folin-Ciocalteu dilué 10 fois et 1mL de la solution Na₂CO₃ à 7%, le mélange obtenu est agité à l'aide d'un vortex, puis mit à l'obscurité pendant 30 minutes. On utilise une cuve en quartz pour lire les densités optique sur le spectrophotomètre.

III.2.2. Courbe d'étalonnage

On utilise une courbe de référence, nommée courbe d'étalonnage, pour effectuer un dosage par une méthode physique. On réalise une série de mesures d'une grandeur physique donnée pour des solutions de concentrations connues afin de tracer la courbe d'évolution de cette grandeur en fonction de la concentration. Cette courbe d'étalonnage permet ensuite de retrouver la concentration inconnue de la solution à doser à partir de la mesure de la grandeur physique choisie.

Pour réaliser un dosage par spectrophotométrie, on trace la courbe d'étalonnage en mesurant l'absorbance de solutions de concentrations connues puis on mesure l'absorbance de la solution à doser. Cette courbe d'étalonnage permet de retrouver la concentration à partir de l'absorbance.

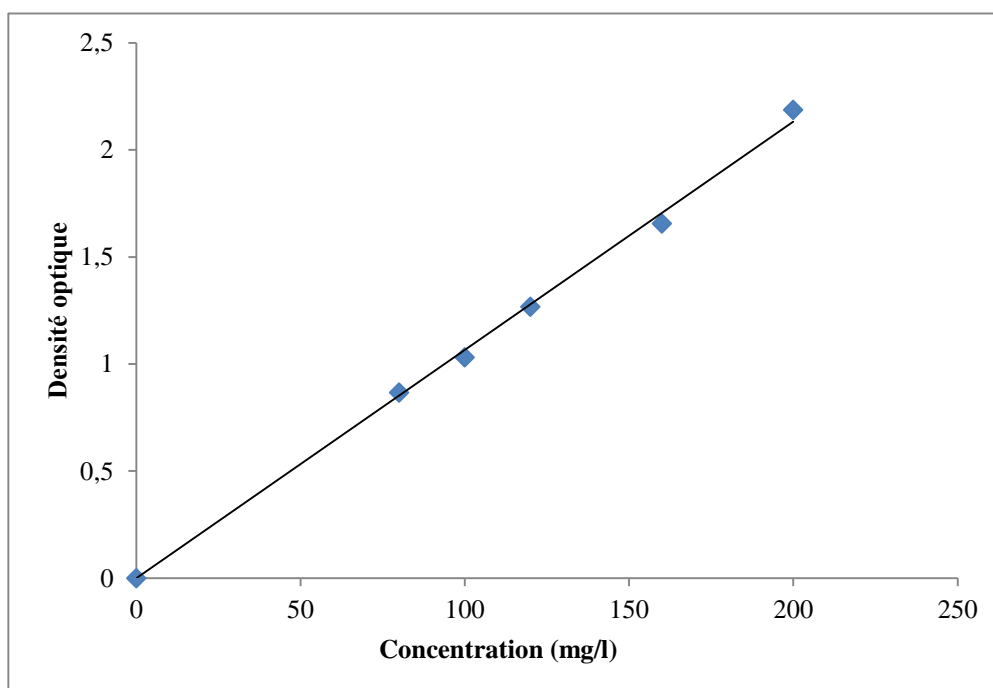


Figure 4 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

PARTIE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Dans ce chapitre nous présenterons les résultats de l'extraction des polyphénols des pépins d'orange.

I. INFLUENCE DE L'ETAT DES PEPINS SUR L'EXTRACTION ASSISTEE PAR ULTRASONS

Les essais d'extraction des polyphénols des pépins d'orange pour l'évaluation de l'influence de l'état des pépins sur l'extraction assistée par ultrasons ont été réalisés sur des pépins entiers et broyés pour une masse de matière végétale de 10 g et une puissance de 20 W. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 1 et représentés à la Figure 5.

Tableau 1 : Rendement en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction assistée par ultrasons

C (mg AG/g ms)	
Pépins entiers	Pépins broyés
4,08 ± 0,07	17,73 ± 0,14

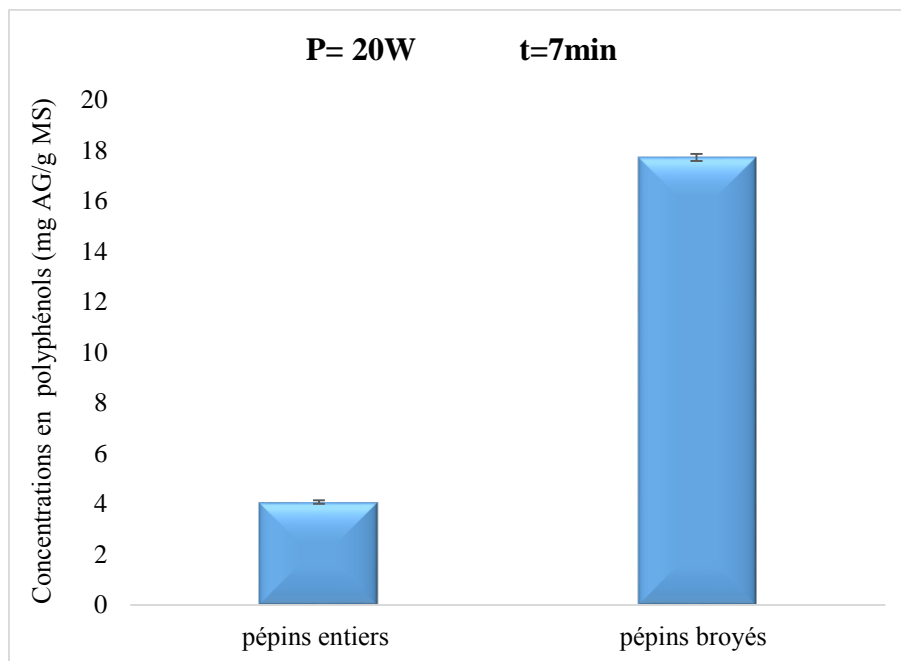


Figure 2 : Rendement en polyphénols en fonction de l'état des pépins pour les ultrasons

L'examen de la figure 5, nous permet de constater que le broyage améliore considérablement le rendement en polyphénols. En effet, une augmentation du rendement en polyphénols de plus de 76 % est observée. Ceci peut être expliqué par le fait que le broyage des pépins augmente la surface d'échange entre le solvant et la matière végétale.

II. INFLUENCE DE LA PUISSANCE ULTRASONORE

Afin d'évaluer l'impact de la puissance des ultrasons sur les rendements en polyphénols, plusieurs puissances ont été testées sur des pépins entiers et broyés. Les résultats sont représentés par les Figures 6 et 7.

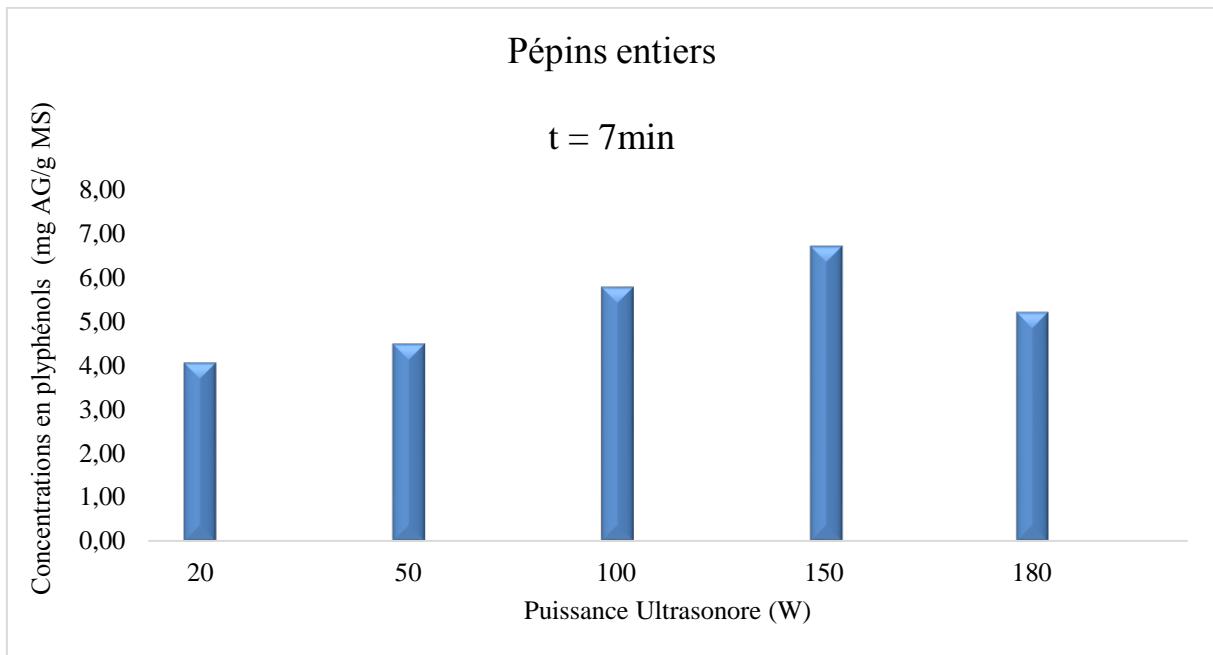


Figure 3: Influence de la puissance ultrasonore sur le rendement en polyphénols des pépins entiers

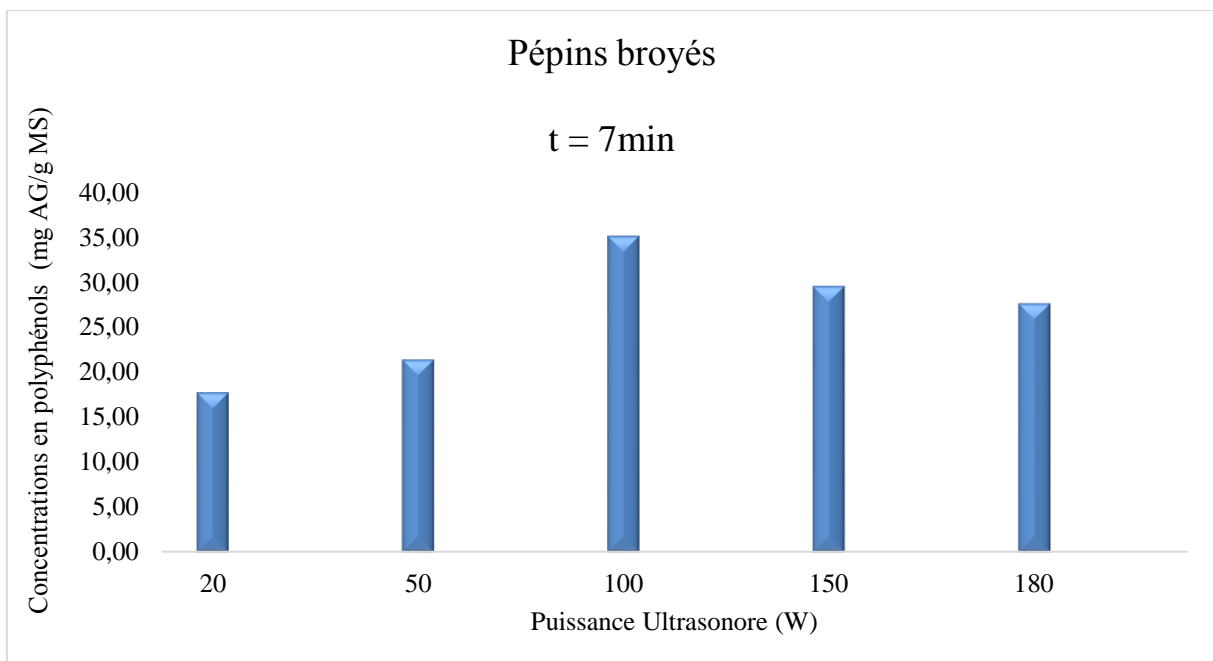


Figure 4: Influence de la puissance ultrasonore sur le rendement en polyphénols des pépins broyés

Les résultats obtenus montrent que le maximum de polyphénols est obtenu pour une puissance de 150 W pour les pépins entiers, et 100 W pour les pépins broyés. Nous pouvons remarquer que le traitement des pépins broyés nécessite une puissance plus faible, ce qui est normal vu que le broyage améliore la surface de contact entre le solvant et le solide. Par contre pour les pépins entiers, une puissance plus importante est nécessaire pour améliorer le transfert du soluté dans le solide vers le solvant d'extraction.

L'effet positif de la puissance ultrasonore serait dû d'une part à une diffusivité plus élevée des molécules extraites et l'amélioration du transfert de matière suite au phénomène de cavitation qui perturbe les parois cellulaires, facilitant ainsi la libération de leur contenu, et d'autre part par l'amélioration de la solubilité des polyphénols dans le solvant d'extraction.

La diminution des rendements au-delà des valeurs optimales, pourrait s'expliquer par la destruction des polyphénols, dans ce cas une grande puissance ultrasonore à un effet négatif sur l'extraction des polyphénols.

III. EXTRACTION PAR MACERATION CONVENTIONNELLE

L'étude effectuée pour l'extraction conventionnelle des polyphénols des pépins d'orange a porté sur l'évaluation de l'influence de l'état des pépins sur la concentration en polyphénols pour une masse végétale de 10 g. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 2 et représentés à la Figure 8.

Tableau 2 : Rendements en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction conventionnelle

C (mg AG/g ms)	
Pépins entiers	Pépins broyés
16,73 ± 1,43	39,71 ± 3,38

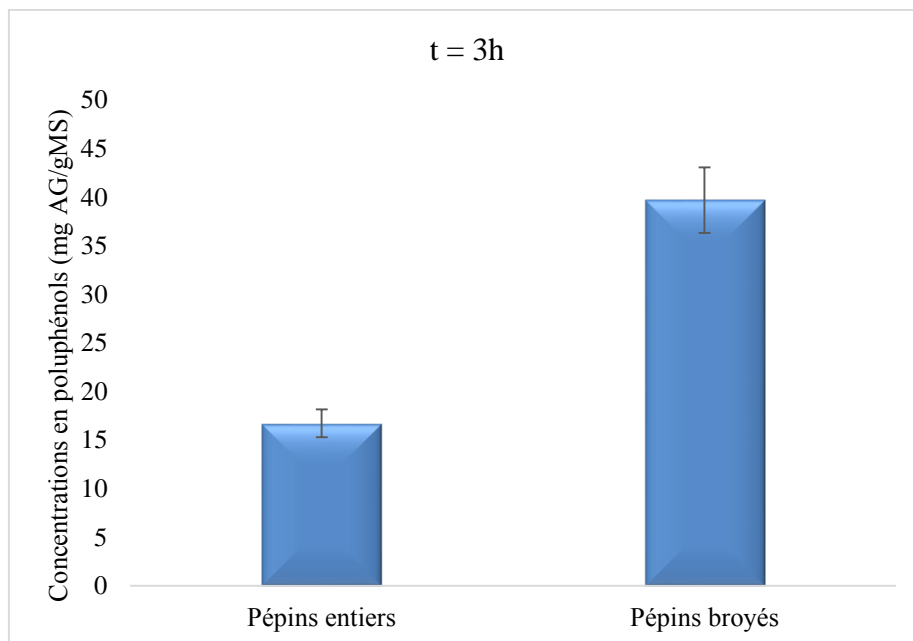


Figure 5 : Rendements en polyphénols en fonction de l'état des pépins d'orange pour l'extraction conventionnelle

L'examen de la Figure 8, nous permet de constater que dans ce cas également, le broyage améliore considérablement le rendement en polyphénols. Une augmentation du rendement en polyphénols de plus de 42 % est observée. Ce résultat rejoint celui obtenu pour l'extraction assistée par ultrasons.

IV. ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES PROCÉDES D'EXTRACTION AVEC ET SANS ULTRASONS

Afin de déterminer le procédé le plus efficace pour l'extraction des polyphénols des pépins d'orange, une étude comparative des résultats obtenus pour les procédés avec et sans ultrasons a été entreprise. Les résultats sont regroupés dans le Tableau 3, et représentés sur la Figure 9.

Tableau 3: Etude comparative de l'extraction avec et sans ultrasons des polyphénols de pépins d'orange

Traitement	C (mg AG/g ms)	
	Pépins entiers	Pépins broyés
Sans ultrasons	16,73 ± 1,43	39,71 ± 3,38
Avec ultrasons	6,72 ± 0,07	35,11 ± 0,14

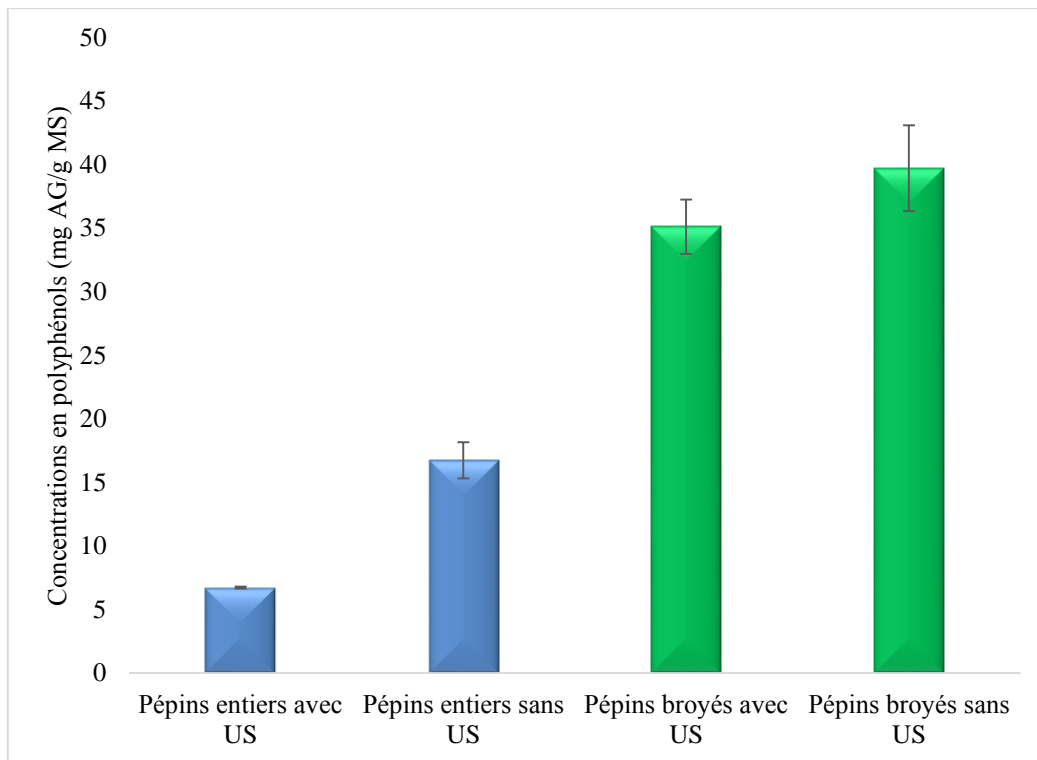


Figure 6: Rendements en polyphénols en fonction de l'état et du traitement des pépins d'orange

L'examen de la Figure 9, nous permet de constater que l'extraction des polyphénols sans ultrasons donne de meilleurs rendements comparés à ceux avec ultrasons. Néanmoins, dans le cas des pépins broyés, les rendements obtenus sont comparables et restent intéressants si l'on tient compte de la durée d'extraction qui est nettement plus faible 7 minutes pour l'extraction assistée par ultrasons contre 180 minutes pour l'extraction conventionnelle, soit un gain de temps considérable de l'ordre de 96 %. Il est donc possible que la durée de 7 minutes soit insuffisante pour récupérer la totalité des polyphénols, particulièrement dans le

cas des pépins entiers. Une étude de la cinétique d'extraction assistée par ultrasons est donc nécessaire afin d'optimiser la durée d'extraction et confirmer ou infirmer cette hypothèse.

V. ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES PROCÉDES CONVENTIONNEL, ASSISTE PAR MICRO-ONDES (EAM) ET ASSISTE PAR ULTRASONS (EUS) POUR LES PEPINS BROYES

Dans cette partie nous avons comparé les résultats obtenus entre les différents procédés d'extraction pour les pépins broyés. Pour l'extraction conventionnelle nous avons pris le résultat obtenu après 3h d'extraction, pour l'EAM nous avons pris le résultat obtenu après 3 minutes d'extraction pour une puissance de 400W, et pour l'EUS nous avons pris le résultat obtenu après 7 minutes d'extraction pour une puissance de 180W.

Tableau 4 : Etude comparative entre la macération, l'EAM et l'EUS.

Traitements	C (mg AG/ gMS)
Macération	39,71± 3,38
EAM	38,83±1,83
EUS	27,6±0,18

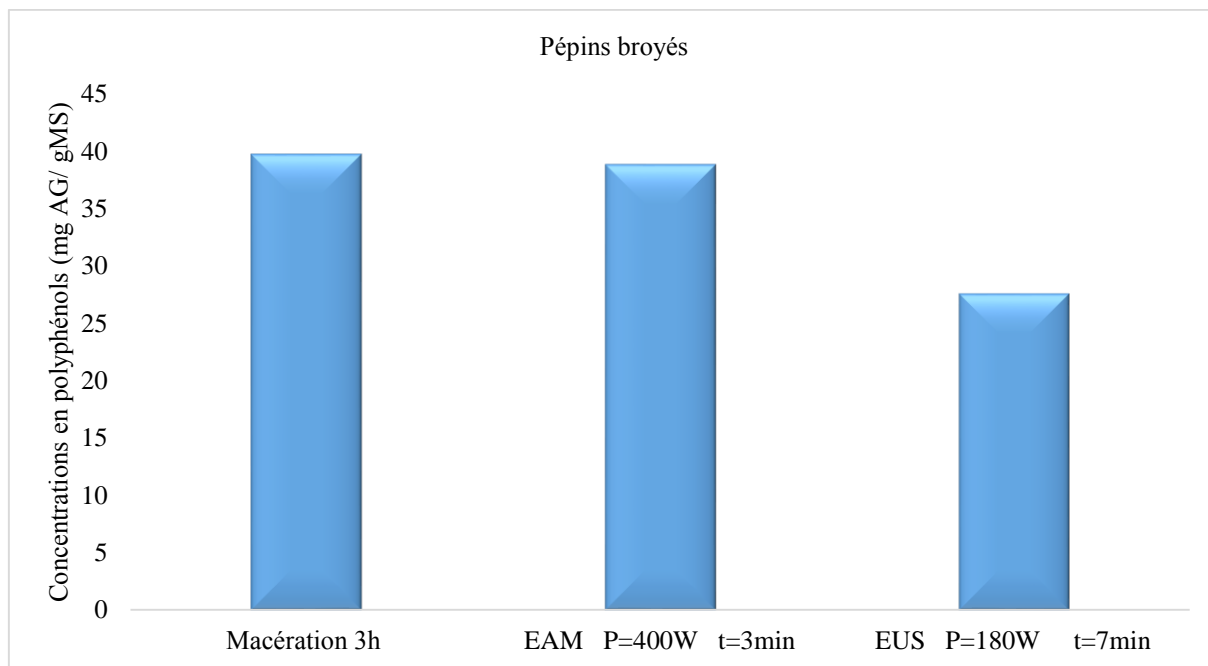


Figure 10 : Rendement en polyphénols en fonction du traitement des pépins broyés.

D'après la figure nous pouvons constater que l'extraction assistée par micro-onde et l'extraction assistée par ultrasons permettent de réduire considérablement le temps d'extraction. Les deux procédés peuvent être considérés comme des méthodes simple et efficace pour extraire les principes actifs. L'EAM est plus performant que l'EUS, cependant une étude plus approfondie de ce dernier procédé doit être entreprise pour une meilleure comparaison des résultats.

CONCLUSION

L'objectif de ce travail était de valoriser un sous-produit de l'industrie des agrumes à savoir les pépins d'orange par l'extraction des polyphénols.

Les polyphénols des pépins d'orange entiers et broyés ont été récupérés par deux procédés d'extractions à savoir : l'extraction conventionnelle en batch et l'extraction assistée par ultrasons. Une étude comparative entre les deux procédés a été entreprise.

Les rendements en polyphénols des pépins broyés sont supérieurs à ceux des pépins entiers aussi bien pour l'extraction conventionnelle, que pour l'extraction assistée par ultrasons.

L'optimisation la puissance des ultrasons a montré que la puissance ultrasonore et la durée de traitement sont deux paramètres importants, et que leurs variations influencent la teneur des extraits en polyphénols. Les meilleurs rendements ont été obtenus pour une puissance de 150 W pour des pépins entiers et 100 W pour des pépins broyés pour une durée d'extraction de 7 minutes.

L'étude comparative des procédés avec et sans ultrasons, a montré un effet négatif de ces derniers sur l'extraction des polyphénols des pépins. Néanmoins, cet effet peut être négligé dans le cas des pépins broyés vu qu'un gain de temps de plus de 96 % est observé pour des rendements relativement comparables.

Les résultats de cette étude sont intéressants car ils ont permis de montrer qu'une valorisation d'un sous-produit de l'industrie des agrumes pouvait d'une part donner des produits à haute valeur ajoutée, et d'autre part préserver l'environnement de la pollution causée par le non traitement de ces sous-produits. Toutes fois il est nécessaire de poursuivre cette étude afin d'optimiser la durée de traitement par ultrasons et déterminer la composition chimique en polyphénols des extraits obtenus.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Khan, I.A., *Citrus genetics, breeding and biotechnology*. 2007: CABI.
2. Le Bellec, F. and V. Le Bellec, *Le verger tropical: cultiver les arbres fruitiers*. 2007: Orphie.
3. Ledesma-Escobar, C.A. and M.D.L. de Castro, *Towards a comprehensive exploitation of citrus*. Trends in Food Science & Technology, 2014. **39**(1): p. 63-75.
4. Waheed, A., S. Mahmud, M. Saleem, and T. Ahmad, *Fatty acid composition of neutral lipid: Classes of Citrus seed oil*. Journal of Saudi Chemical Society, 2009. **13**(3): p. 269-272.
5. Dugo, G. and A. Di Giacomo, *Citrus: the genus citrus*. 2003: CRC Press.
6. Ladanyia, M. and M. Ladaniya, *Citrus fruit: biology, technology and evaluation*. 2010: Academic press.
7. Anwar, F., R. Naseer, M. Bhangar, S. Ashraf, F.N. Talpur, and F.A. Aladedunye, *Physico-chemical characteristics of citrus seeds and seed oils from Pakistan*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2008. **85**(4): p. 321-330.
8. Hernández-Montoya, V., M. Montes-Morán, and M. Elizalde-González, *Study of the thermal degradation of citrus seeds*. biomass and bioenergy, 2009. **33**(9): p. 1295-1299.
9. Tounsi, M.S., I. Moulehi, I. Ouerghemmi, H. Mejri, W.A. Wannas, G. Hamdaoui, H. Zemni, F. Limam, and B. Marzouk, *Changes in lipid composition and antioxidant capacity of bitter orange (Citrus aurantium. L) and mandarin (Citrus reticulata. Blanco) oilseeds on different stages of maturity*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2011. **88**(7): p. 961-966.
10. Hamdan, D., M.Z. El-Readi, A. Tahrani, F. Herrmann, D. Kaufmann, N. Farrag, A. El-Shazly, and M. Wink, *Chemical composition and biological activity of Citrus jambhiri Lush*. Food chemistry, 2011. **127**(2): p. 394-403.
11. Khan, M.K., M. Abert-Vian, A.-S. Fabiano-Tixier, O. Dangles, and F. Chemat, *Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (Citrus sinensis L.) peel*. Food Chemistry, 2010. **119**(2): p. 851-858.
12. Khan, M.K. and O. Dangles, *A comprehensive review on flavanones, the major citrus polyphenols*. Journal of Food Composition and Analysis, 2014. **33**(1): p. 85-104.
13. Boukroufa, M., C. Boutekedjiret, L. Petigny, N. Rakotomanomana, and F. Chemat, *Bio-refinery of orange peels waste: A new concept based on integrated green and solvent free extraction processes using ultrasound and microwave techniques to obtain essential oil, polyphenols and pectin*. Ultrasonics sonochemistry, 2014.
14. Miletic, N., B. Popovic, O. Mitrovic, and M. Kandic, *Phenolic content and antioxidant capacity of fruits of plum cv. 'Stanley'*. 2012, Stanley.
15. Moulehi, I., S. Bourgou, I. Ouerghemmi, and M.S. Tounsi, *Variety and ripening impact on phenolic composition and antioxidant activity of mandarin (Citrus reticulata Blanco) and bitter orange (Citrus aurantium L.) seeds extracts*. Industrial Crops and Products, 2012. **39**: p. 74-80.
16. Inoue, T., S. Tsubaki, K. Ogawa, K. Onishi, and J.-i. Azuma, *Isolation of hesperidin from peels of thinned Citrus unshiu fruits by microwave-assisted extraction*. Food Chemistry, 2010. **123**(2): p. 542-547.
17. Ruby-Figueroa, R., A. Cassano, and E. Drioli, *Ultrafiltration of orange press liquor: Optimization of operating conditions for the recovery of antioxidant compounds by response surface methodology*. Separation and Purification Technology, 2012. **98**: p. 255-261.
18. Conidi, C., A. Cassano, and E. Drioli, *Recovery of phenolic compounds from orange press liquor by nanofiltration*. Food and Bioproducts Processing, 2012. **90**(4): p. 867-874.
19. *Fruits and Fruit Products*, in *Food Chemistry*. 2009, Springer Berlin Heidelberg. p. 807-861.
20. Kefford, J., *The chemical constituents of citrus fruits*. Advances in food research, 1960. **9**: p. 285-372.
21. Nakajima, V.M., G.A. Macedo, and J.A. Macedo, *Citrus bioactive phenolics: Role in the obesity treatment*. LWT-Food Science and Technology, 2014. **59**(2): p. 1205-1212.
22. Zhang, H., W. Xi, Y. Yang, X. Zhou, X. Liu, S. Yin, J. Zhang, and Z. Zhou, *An on-line HPLC-FRSD system for rapid evaluation of the total antioxidant capacity of Citrus fruits*. Food chemistry, 2015. **172**: p. 622-629.
23. Haineault, S., *Les vertus thérapeutiques des agrumes: citron, lime, pamplemousse, orange*. 2011: Editions Quebecor.

24. Kefford, J.F. and B.V. Chandler, *The Chemical Constituents of Citrus Fruits*. The Chemical Constituents of Citrus Fruits., 1970.
25. Matthauss, B. and M. Özcan, *Chemical evaluation of citrus seeds, an agro-industrial waste, as a new potential source of vegetable oils*. *grasas y aceites*, 2012. **63**(3): p. 313-320.
26. Neff, W., R. Holloway, M. Zeitoun, A. El Bastwesy, and M. TABEKHA, *Fatty acid, triacylglycerol and volatile composition of Egyptian limeseed oil*. *Revue française des corps gras*, 1993. **40**(7-8): p. 237-240.
27. Sonia, C. and C. Jean, *Polyphénols et procédés*. Lavoisier.
28. Boros, B., S. Jakabová, Á. Dörnyei, G. Horváth, Z. Pluhár, F. Kilár, and A. Felinger, *Determination of polyphenolic compounds by liquid chromatography–mass spectrometry in Thymus species*. *Journal of Chromatography A*, 2010. **1217**(51): p. 7972-7980.
29. Ignat, I., I. Volf, and V.I. Popa, *A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables*. *Food Chemistry*, 2011. **126**(4): p. 1821-1835.
30. Popovici, C., I. Saykova, and B. Tylkowski, *Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH*. 2010.
31. Antolovich, M., P.D. Prenzler, E. Patsalides, S. McDonald, and K. Robards, *Methods for testing antioxidant activity*. *Analyst*, 2002. **127**(1): p. 183-198.
32. Burda, S. and W. Oleszek, *Antioxidant and antiradical activities of flavonoids*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2001. **49**(6): p. 2774-2779.
33. Georgieva, S., L. Boyadzhiev, and G. Angelov, *Caractérisation des vins bulgares par leur capacité antioxydante*. 2010.
34. LEYBROS, J. and P. FREMEAUX, *Extraction solide-liquide. I. Aspects théoriques*. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, 1990. **2**: p. J2780. 1-J2780. 21.
35. Grigoraş, C.-G., *Valorisation des fruits et des sous-produits de l'industrie de transformation des fruits par extraction des composés bioactifs*. 2012, Université d'Orléans; Université Vasile Alesandri de Bacău.
36. Luque-Garcia, J. and M.L. De Castro, *Ultrasound: a powerful tool for leaching*. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 2003. **22**(1): p. 41-47.
37. Carrera, C., A. Ruiz-Rodríguez, M. Palma, and C.G. Barroso, *Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from grapes*. *Analytica chimica acta*, 2012. **732**: p. 100-104.
38. Corbin, C., T. Fidel, E.A. Leclerc, E. Barakzoy, N. Sagot, A. Falguières, S. Renouard, J.-P. Blondeau, C. Ferroud, and J. Doussot, *Development and validation of an efficient ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from flax (*Linum usitatissimum* L.) seeds*. *Ultrasonics sonochemistry*, 2015. **26**: p. 176-185.
39. Muñoz-Márquez, D.B., G.C. Martínez-Ávila, J.E. Wong-Paz, R. Belmares-Cerda, R. Rodríguez-Herrera, and C.N. Aguilar, *Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from *Laurus nobilis* L. and their antioxidant activity*. *Ultrasonics sonochemistry*, 2013. **20**(5): p. 1149-1154.
40. Jerman, T., P. Trebše, and B.M. Vodopivec, *Ultrasound-assisted solid liquid extraction (USLE) of olive fruit (*Olea europaea*) phenolic compounds*. *Food Chemistry*, 2010. **123**(1): p. 175-182.
41. Bruneau, M. and A. Hladky-Hennion, *MEMS acoustiques*. *Livre blanc de l'acoustique en France en 2010*, 2010: p. 80.

ملخص

العنوان : إسترجاع المركبات النشطة بيولوجيا من نفايات الصناعة الغذائية

كان الهدف من هذا العمل تقييم منتج ثانوي لصناعة الحمضيات المتمثل في بذور البرتقال و ذلك عن طريق استخلاص مادة البوليفينول. للقيام بذلك استخدمنا طريقتين : الإستخلاص التقليدي و الإستخلاص بمساعدة الموجات فوق الصوتية. مردود البوليفينول المتحصل عليه من البذور المسحوقة أعلى من مردود البذور الكاملة لكل من الطريقتين. تم الحصول على أحسن مردود بإستعمال قوة 150 واط على بذور كاملة و قوة 100 واط على بذور مسحوقة ، لمدة 7 دقائق. أظهرت المقارنة بين الطريقتين أنه تم توفير أكثر من 96% من وقت الإستخلاص في حالة البذور المسحوقة

كلمات البحث : الصناعة الغذائية، منتج ثانوي، تقييم، إستخلاص، البوليفينول

Résumé

Titre : Récupération de composés bioactifs à partir de rejets de l'industrie agro-alimentaire.

L'objectif de ce travail était de valoriser un sous-produit de l'industrie des agrumes à savoir les pépins d'orange par l'extraction des polyphénols. Pour ce faire, deux procédés d'extractions ont été utilisés à savoir : l'extraction conventionnelle en batch (EC) et l'extraction assistée par ultrasons (EUS). Les rendements en polyphénols obtenus pour des pépins broyés sont supérieurs à ceux des pépins entiers aussi bien pour l'EC, que pour l'EUS. L'optimisation de la puissance des ultrasons a montré que les meilleurs rendements ont été obtenus pour une puissance de 150 W pour des pépins entiers et 100 W pour des pépins broyés pour une durée d'extraction de 7 minutes. L'étude comparative l'EC, et l'EUS dans le cas des pépins broyés a montré qu'un gain de temps de plus de 96 % est observé pour des rendements relativement comparables.

Mots clé : Industrie agroalimentaire, Sous-produits, Valorisation, Extraction, Polyphénols.

Abstract

Title: Recovery of bioactive compounds from waste from the food processing industry

The objective of this work was to develop a by-product of the citrus industry namely orange pips by the extraction of polyphenols. To do this, two methods of extraction were used namely: conventional batch extraction (CE) and the ultrasound assisted extraction (UAE). The yields of polyphenols obtained for crushed pips are greater than those of whole pips for both methods. Optimizing the power of ultrasound has shown that the best yields were obtained for a power of 150 W for whole pips and 100 W for pips ground for an extraction duration of 7 minutes. Comparative study between CE, and UAE in the case of the crushed pips showed that a time saving of over 96% is observed for relatively comparable yields.

Keywords: Food industry, By-products, Valorisation, Extraction, Polyphenols.