

## ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE LA TAILLE DES PARTICULES DE LA POUDRE DES ÉCORCES DES FRUITS DE MANDARINE *CITRUS RETICULATA BLANCO L.* SUR LE RENDEMENT ET LA QUALITÉ DE L'HUILE ESSENTIELLE

BOUDJIT Djamila<sup>1,2\*</sup>, ANNOUN Mohamed<sup>2</sup> et EL-HADI Djamel<sup>1</sup>

1. Laboratoire d'Analyse Fonctionnelle des Procédés Chimiques, Département de Génie des Procédés, Faculté de Technologie, Université de SAAD DAHLEB Blida 1 BP 270 -09000 Blida Algérie

2. Laboratoire de Matériaux et Environnement ; Faculté de Technologie, Université de Médéa, Ain D'Heb, 26001 Médéa Algérie

Reçu le 21/12/20, Révisé le 13/03/2022, Accepté le 16/04/2022

### Résumé

**Description du sujet :** l'importance des huiles essentielles dans le secteur de l'industrie agroalimentaire, de la parfumerie et de la pharmacie, met en lumière un besoin d'optimisation des procédés actuels de production. **Objectifs :** Le but de ce travail, est de déterminer comment la taille des particules des écorces broyées des fruits de Mandarine : *Citrus reticulata blanco*, peut influencer ou pas sur le rendement et la qualité des huiles essentielles extraites.

**Méthodes :** Les écorces de Mandarine ont été séchées, broyées et tamisées. Le tamisage permet d'obtenir 9 échantillons de poudre avec des granulométries différentes. L'extraction d'huile essentielle est réalisée au laboratoire par hydro-distillation assistée par micro-ondes (dispositif type Clevenger monté sur micro-onde). **Résultats :** Les résultats obtenus ont montré que lorsque les particules ont une taille inférieure à 300 µm de diamètre, le rendement d'huile essentielle des écorces de mandarine augmente proportionnellement à la taille des particules en passant de 0,85% à 2,2% ou le rendement atteint sa valeur maximale pour un diamètre moyen de 350 µm, le rendement de l'huile essentielle est inversement proportionnel à la taille des particules et il passe de 2,2% à 0,62%.

**Conclusion :** Les résultats obtenus montrent que le diamètre des particules de poudre des écorces de mandarine, a un effet remarquable sur le rendement et la qualité en huile essentielle.

**Mots clés :** *Citrus reticulata blanco* ; huile essentielle ; hydro-distillation ; taille des particules.

## STUDY OF THE INFLUENCE OF THE PARTICLE SIZE OF THE POWDER OF THE RINDS OF MANDARIN FRUITS: *CITRUS RETICULATA BLANCO L.* ON THE YIELD AND QUALITY OF THE ESSENTIAL OIL

### Abstract

**Description of the subject:** High demand for essential oils has increased significantly to date in the food industry, perfumery and pharmacy sectors which urge researchers on investigating the oils' production process in attempt to improve not only the yield extraction but also to obtain the best possible quality of extracted oils

**Objective:** This work aims to investigate the effect of the particle size of the crushed peels of Mandarin fruit: *Citrus reticulata blanco*, on both the yield and the quality of the extracted essential oils.

**Methods:** The mandarin peels were dried, crushed and sieved. The sieving allows to obtain 9 samples of powder with different grain sizes. The essential oil extraction is carried out using a microwave assisted hydro-distillation (Clevenger type device mounted on a microwave).

**Results:** The obtained results show that when the size of particles is less than 300 µm in diameter, the yield of essential oils (extracted from the mandarin peels) is proportional to the increase in size and rises from 0.85% to 2.2%. However, when the size of particles is more than 300 µm the yield is in inverse proportion to the particles' size and decreases from 2.2% to 0.62%. In addition, this investigation reveals that the maximum yield is reached for an average diameter of 350 µm.

**Conclusion:** The Outcome of this investigation shows that the diameter of the powder particles of the mandarin peels has a remarkable effect on the extraction yield and the quality of essential oils.

**Keywords:** *Citrus reticulata blanco*; Essential oil; hydro-distillation; particle size.

\* Auteur correspondant : BOUDJIT Djamila, E-mail: [ndboudjit@gmail.com](mailto:ndboudjit@gmail.com)

## INTRODUCTION

La demande accrue des huiles essentielles (HE) dans le secteur de l'industrie agroalimentaire, de la parfumerie et de la pharmacie, met en lumière un besoin d'optimisation des procédés actuels de production. Comme pour tous procédés industriels ayant à faire face à cette problématique, leur amélioration est orientée vers une augmentation du rendement d'extraction, et de la qualité des produits obtenus. De nos jours, les agrumes sont les fruits les plus consommés dans le monde [1]. La production moyenne mondiale d'agrumes, toutes espèces confondues, s'élève à plus de 110 millions de tonnes par an, sur une superficie de 7,5 millions d'hectares environ [2]. Les agrumes constituent la première production fruitière algérienne où la plaine de la Mitidja présente la plus grande superficie avec 16970 ha [3]. La wilaya de Blida fait partie des principales wilayas agrumicoles avec 17 449 ha en 2017 [4]. Le mandarinier est un arbre originaire d'Inde et de Chine rapporté d'Orient par les Croisés [5]. Le zeste de ses fruits est recommandé pour la prévention du concert [6]. Les propriétés sédatives et adoucissantes du zeste, font que celui-ci est parfois conseillé pour traiter les troubles du sommeil [7 et 8]. L'huile essentielle de *Citrus reticulata blanco* est antispasmodique, Hypotensive, anxiolytique et eupeptique [9]. Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des ressources végétales. L'étude est portée sur une variété d'agrumes de la famille de Rutaceae: *Citrus reticulata blanco*. Le séchage permet une meilleure conservation des écorces et facilite leur broyage [10]. La méthode d'extraction choisie est l'hydro-distillation assistée par micro-ondes (HDMO) car cette méthode est nettement plus rapide que l'hydro-distillation classique tout en conservant une qualité équivalente des huiles essentielles extraites [11]. L'intérêt de ce travail repose sur l'étude de l'influence de la granulométrie (taille des particules des écorces broyées) sur le rendement de l'huile essentielle extraite, et de désigner la taille idéale qui donne le meilleur rendement.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 1. Matière végétale

Nous avons choisi pour ce travail une espèce d'agrumes du genre *Citrus* : *Citrus reticulata blanco* car elle est abondante dans notre région et l'écorce de son fruit est facile à éplucher, ce qui évite les pertes en composés odorants

retrouvés essentiellement au niveau de l'écorce du fruit. Notre étude a été réalisée sur des échantillons de l'espèce provenant d'un verger à Boufarik chez un exploitant agrumicole durant le mois de décembre cette ville qui se situe au contact de l'Atlas Blidéen et de la plaine de Mitidja. Plus de 30 kg de mandarines ont été lavées à l'eau puis épluchées à la main, afin de ne garder que l'écorce du fruit. Les écorces sont séchées dans un appareil déshydrateur type Excalibur, puis elles sont découpées en petits morceaux afin de les préparer au broyage. Le broyage est réalisé à l'aide d'un broyeur électrique à couteaux. Environ 1 kg de poudre des écorces séchées et broyées, a été récupéré. La poudre obtenue, est tamisée au laboratoire dans une Tamiseuse, la marque Retsch (AS200, après tamisage, les neufs échantillons de poudre des écorces de granulométries différentes [ $\leq 100 \mu\text{m}$  -  $1000 \mu\text{m}$ ] ont été obtenus. Le tableau 1, illustre les granulométries des 9 échantillons.

Tableau 1 : Granulométrie des échantillons de la poudre des écorces de mandarine.

N°	Diamètre des particules ( $\mu\text{m}$ )
E <sub>1</sub>	$\leq 100$
E <sub>2</sub>	$100 < D_p \leq 200$
E <sub>3</sub>	$200 < D_p \leq 300$
E <sub>4</sub>	$300 < D_p \leq 400$
E <sub>5</sub>	$400 < D_p \leq 500$
E <sub>6</sub>	$500 < D_p \leq 630$
E <sub>7</sub>	$630 < D_p \leq 800$
E <sub>8</sub>	$800 < D_p \leq 1000$
E <sub>9</sub>	$>1000$

D<sub>p</sub> : Diamètre de la particule de la poudre des écorces. E : échantillon

### 2. Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau des écorces de mandarine, est déterminée par la méthode thermogravimétrique de référence [12]. Qui consiste à calculer le Pourcentage des solides totaux ou de matière sèche par formules suivantes :  $ST(\%) = (\text{masse de la matière végétale sec} / \text{masse de la matière végétale à l'état frais}) \times 100$ . Et puis La teneur en pourcentage est estimée par la formule suivante :  $H_2O(\%) = 100 - ST(\%)$ .

### 3. Optimisation de la puissance

Avant de procéder à l'extraction, nous avons étudié l'influence de la puissance micro-ondes sur l'extraction de l'huile essentielle de mandarine en fonction du temps total d'extraction afin de réduire le temps d'extraction et la consommation d'énergie. La Figure 1, représente le temps total d'extraction en fonction de la puissance micro-ondes.

D'après cette étude nous avons réglé la puissance micro-ondes à 550 W dans un intervalle de temps équivalent à 15 min pour l'extraction totale.

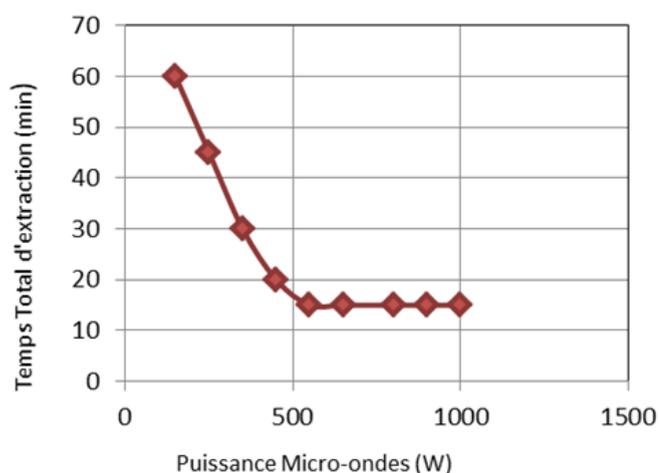


Figure 1: Profil du temps total d'extraction en fonction de la puissance micro-ondes.

#### 4. Extraction des huiles essentielles

Dans un ballon de 500 ml, on met 30 g de poudre d'écorce de mandarine et 200 ml d'eau distillée. Cette préparation est accordée à un dispositif de type Clevenger [13] est portée à ébullition dans un four à micro-ondes réglé à la puissance de 550 watts, pendant 15 min. Les vapeurs chargées des HE traversent un réfrigérant, se condensent et chutent dans un bécher. En fin d'opération, on obtient deux Phases non miscibles (eau et huile essentielle) qui se séparent par leur différence de densité. Les huiles essentielles obtenues sont stockées dans des tubes en verre opaque fermés et recouverts de papier aluminium. Elles sont conservées au réfrigérateur à 4°C.

#### 5. Rendement en huiles essentielles

Le rendement de l'huile essentielle  $R_{HE}\%$  est le rapport entre la masse d'huile essentielle  $M_{HE}$  extraite et la masse de la matière végétale à traiter  $M_V$  [14].  $R_{HE}\% = (M_{HE} / M_V) \times 100$

#### 6. Analyses physico-chimique

- *Tests organoleptiques* : Les caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles des écorces de mandarine portent sur l'étude de l'aspect (solide ou liquide), de la couleur et de l'odeur.

- *Densité relative à 20°C* : La densité relative à 20°C représente le rapport entre la masse d'un certain volume de l'HE à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20°C. Elle constitue un point de repère important. Sa valeur permet d'avoir une idée sur la composition chimique de l'HE.

La méthode de référence utilisée pour déterminer la densité relative à 20°C de l'huile essentielle est donnée dans la norme NF ISO 279, (T 75-111). (1999) Nous avons utilisé pour effectuer cette mesure un pycnomètre de volume (2 ml) et une balance analytique de précision (0,0001).

- *Indice de réfraction à 20°C* : Dans ce travail, l'indice de réfraction a été mesuré par un réfractomètre ABBE dont l'usage est assez recommandé et qui permet de donner une mesure comprise entre 1,300 et 1,700. La méthode de référence utilisée pour déterminer l'indice de réfraction à 20°C de l'HE est donnée dans la norme (NF ISO 280 : 1999 ou NF T 75 - 112) [15].

#### 7. Analyse chromatographique des HEs

L'analyse chromatographique de l'huile essentielle a été effectuée par Chromatographie en phase gazeuse : La chromatographie en phase gazeuse CPG est une technique très répandue. Elle possède plusieurs avantages : sensibilité, polyvalence, rapidité de mise au point des analyses nouvelles et aux possibilités d'automatisation, qui augmentent plus son intérêt [16]. Le chromatographe utilisé est un modèle GC- 17A de marque SHIMADZU équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et de colonne capillaire en silice fondue de dimension 25 m de long, 0,25 mm de diamètre intérieur et 0,25 µm d'épaisseur du film de la phase stationnaire. Les analyses ont été effectuées avec une colonne moyennement apolaire de type FS-OV-1701CB-0.25. Avant d'être analysées toutes les huiles essentielles ont été diluées dans l'hexane. Les conditions analytiques opératoires sont les suivantes : le gaz vecteur est l'azote avec un débit constant de 6 ml/min. Les températures d'injection et de détection sont respectivement de 200 et 220 °C. Les solutions injectées sont préparées par dilution de 30 µl d'huile essentielle dans 0.5ml de solvant (l'Hexane). Le volume injecté est de 0,40 µl pour un temps d'analyse de 50min et sous une pression de 10. La programmation de la température du four est de 50 °C pendant 5 min, puis suivant un gradient à raison de 4 °C/min jusqu'à 230 °C. Cette température finale est maintenue constante pendant 5 min.

#### 8. Analyse par microscope électronique à balayage

La micrographie des particules des écorces de mandarine a été observée par Microscope électronique à balayage (MEB) en utilisant un FEI Quanta 650 FEG SEM, la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) a été réalisée en utilisant un QUANTAX EDS, Bruker.

## RÉSULTATS

### 1. Teneur en eau

Après séchage, l'échantillon des écorces de mandarine ne pèse plus que MST = 19,95g, Le pourcentage de matière sèche est de ST(%) = 29,47 %. Ce qui correspond à une teneur en eau de H<sub>2</sub>O (%) = 70,52 %. Ce résultat confirme le

résultat obtenu dans une autre étude réalisée en 2013 [17]. La peau de *Citrus reticulata* blanco est reconnue comme un résidu riche en eau. Cependant, en raison de sa forte teneur en humidité, la peau de mandarine est exceptionnellement périssable et pour une utilisation future, son taux d'humidité doit être réduit [18].

### 2. Rendement en huiles essentielles

Le tableau 2 présente les rendements en HE pour des différentes tailles des particules des écorces broyées.

Tableau 2: Volumes, masses et rendements en (%) d'HE en fonction de la taille des particules.

N° Echantion	DP (µm)	DM(m)	V <sub>HE</sub> (ml)	M <sub>HE</sub> (g)	R <sub>HE</sub> %
E <sub>1</sub>	≤100	100	0,2	0,18	0,63
E <sub>2</sub>	100-200	150	0,3	0,28	0,94
E <sub>3</sub>	200-300	250	0,5	0,47	1,57
E <sub>4</sub>	300-400	350	0,7	0,66	2,2
E <sub>5</sub>	400-500	450	0,6	0,56	1,89
E <sub>6</sub>	500-630	565	0,5	0,47	1,58
E <sub>7</sub>	630-800	715	0,5	0,47	1,58
E <sub>8</sub>	800-1000	900	0,3	0,28	0,94
E <sub>9</sub>	>1000	1000	0,15	0,14	0,5

DM : Diamètre moyen de de la particule.

Les figures 3 et 4, présentent les courbes représentatives de l'évolution du rendement

d'HE en fonction de la taille des particules de poudre des écorces de mandarine.

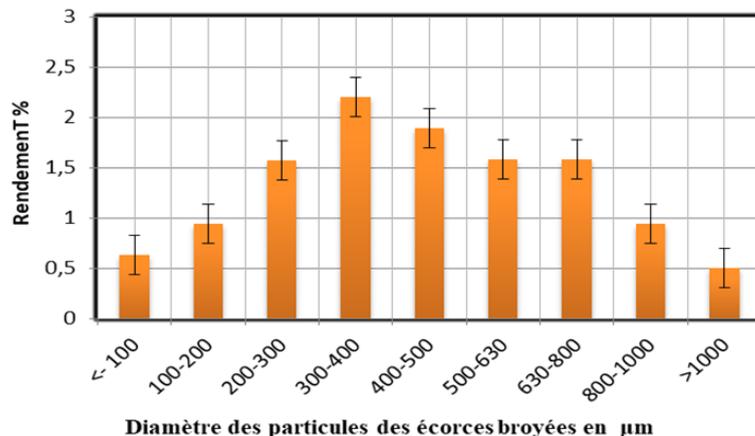


Figure 3: Évolution du rendement d'HE en fonction du diamètre des particules

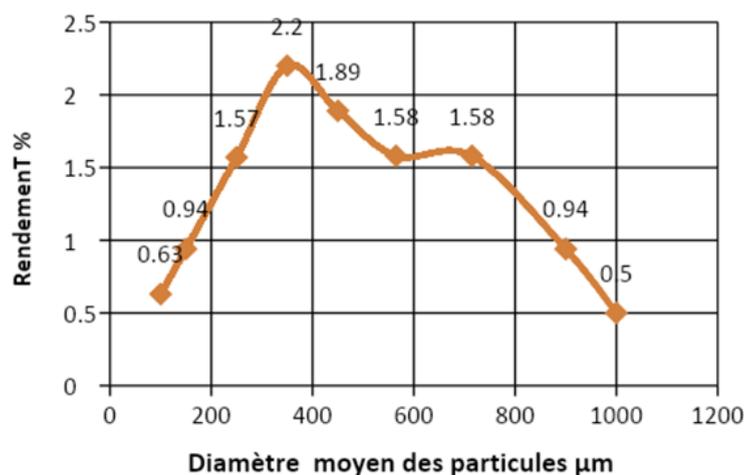


Figure 4: Évolution du rendement d'HE en fonction du diamètre moyen des particules.

### 3. Propriétés physico-chimique

#### 3.1. Caractères organoleptiques

Les caractères organoleptiques des HE extraites des écorces de mandarine sont présentés dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Propriétés organoleptiques des HE des écorces de mandarine.

Propriétés organoleptiques		
Aspect	Couleur	Odeur
Liquide limpide	Jaune pâle	Forte et fraîche

#### 3.2. Densité relative à 20°C

Les valeurs de densité de l'huile essentielle des 9 échantillons sont pratiquement identiques (0,8532). Selon les normes de GARNERO [19]. La densité relative de l'huile essentielle de mandarine à 20 °C de(HE) 20 °C est comprise entre 0,840 et 0,860. La densité relative à 20 °C de notre HE est conforme à ces normes. Par ailleurs, nous pouvons constater que quel que soit la taille des particules de mandarine, la densité de l'HE extraite reste inchangée. De ce fait nous pouvons conclure que la taille des particules n'a aucune influence sur la densité de l'HE extraite.

#### 3.3. Indice de réfraction à 20°C

L'indice de réfraction renseigne sur la qualité de

l'huile essentielle, il varie avec la teneur en mono terpènes et en dérivés oxygénés de l'huile essentielle. Une forte teneur en mono terpènes donnerait un indice élevé [20]. L'indice de réfraction mesuré à 20 °C est le même pour tous les échantillons de l'HE. Sa valeur est de  $n_{20^{\circ}\text{C}} = 1,473$ . Ce résultat indique que, la modification de la granulométrie des particules n'influe pas sur la l'indice de réfraction de l'HE. De ce fait, la pureté de l'HE de mandarine est conservée.

### 4. Analyse des HEs par chromatographie en phase gazeuse

Afin d'étudier l'influence de la taille des particules de la poudre des écorces sur la composition et par conséquent sur la qualité de l'huile essentielle nous avons effectué l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) de trois échantillons parmi les 9 échantillons que nous avons préparés (E<sub>1</sub>, E<sub>4</sub> et E<sub>8</sub>). L'identification des composés a été réalisée par comparaison du temps de rétention des composés identifiés à ceux obtenus en littérature dans les mêmes conditions et sur le même type de colonne. Les résultats d'analyse obtenus sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4 : Composition en % d'HE d'écorces de mandarines d'E<sub>1</sub>, E<sub>4</sub> et E<sub>8</sub>

N° Composés identifiés	Composition %		
	Dp ≤100µm (E <sub>1</sub> )	300µm < Dp < 400µm (E <sub>4</sub> )	800 µm < Dp (E <sub>8</sub> )
1 <i>Limonène</i>	75.722	715.163	933.183
2 <i>γ-Terpinène</i>	125.399	153.926	46.389
3 <i>Linalool</i>	0.5551	0.2512	0.058
4 <i>Undecanal</i>	0.2074	-	-
5 <i>α-Copaene</i>	-	0.205	-
6 <i>β-Silinene</i>	-	0.1652	-
7 <i>Hexadecane</i>	12.702	0.3382	0.2338
8 <i>α-Sinensal</i>	3.338	14.614	0.4381
9 <i>2-Methyloctadecane</i>	35.118	6.296	0.964
10 <i>NI</i>	0.1509	0.1652	0.0435

NI : composé non identifié

Le nombre des pics et des composés identifiés dans l'HE des écorces de trois échantillons de différente taille de particule sont présentés dans le tableau 5.

Tableau 5. Nombre des pics dénombrés dans le chromatogramme et des composés identifiés (CI) dans les HE des écorces de mandarine à des différents diamètres des particules.

N°E	DP (µm)	Nbr des Pics	Nbr des CI
E1	<100	54	10
E4	300-400	70	12
E8	800-1000	24	10

### 5. Analyse structurale par la microscopie électronique à balayage

Les observations par microscope électronique à balayage (MEB) servent d'une part, à localiser et à connaître avec grande précision, les sites producteurs des HE, et d'autre part, à visualiser la moindre modification après broyage de chaque échantillon avant l'opération d'extraction. En effet, les résultats de l'investigation expérimentale sur poudre des écorces par MEB ont montré la structure de la particule pour trois différentes tailles E<sub>1</sub> : D<sub>p</sub> ≤100 µm. E<sub>4</sub> : 300 µm < D<sub>p</sub> < 400 µm et E<sub>8</sub> : 800µm < D<sub>p</sub> .

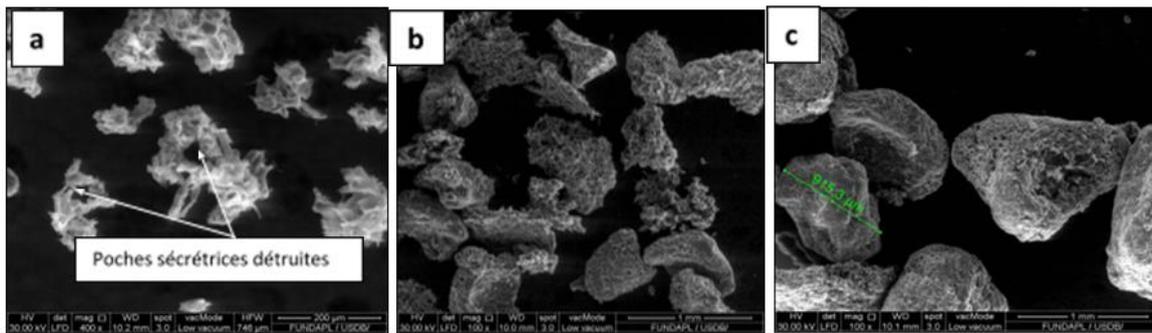


Figure 5: Micrographie par microscope électronique à balayage (MEB) de la poudre des écorces de Mandarine. (a):  $D_p \leq 100 \mu\text{m}$ , (b):  $300 \mu\text{m} < D_p < 400 \mu\text{m}$ . (c):  $800 \mu\text{m} < D_p$ .

## DISCUSSION

De nombreux facteurs peuvent influencer le rendement, les caractéristiques physico-chimiques et la composition chimique des huiles essentielles tels que les conditions environnementales, la technique d'extraction, le séchage, la période et le milieu de récolte, les pratiques culturales et l'âge du matériel végétal [21 et 22]. Dans cette étude, nous nous intéressons particulièrement au facteur représenté par la granulométrie des particules de poudre des écorces de mandarine. La taille des particules influe sur le rendement d'HE de mandarine de la façon suivante : Première phase [100-300]: dans cet intervalle correspondant aux poudres très fines, nous remarquons une augmentation du rendement en fonction de l'augmentation de la taille des particules de 0,63% à 2,2%. Deuxième phase [300-400]: dans cette tranche, le rendement atteint sa valeur maximale qui est 2,2%. Troisième phase [400-1000]: une diminution du rendement de 2,2% à 0,5% toujours dans le sens de l'augmentation du diamètre des particules. Ces résultats révèlent que la taille des particules des écorces broyées de mandarine, influe sur le rendement en HE. De plus si l'on souhaite avoir le meilleur rendement en HE de mandarine, il est donc préférable de travailler avec un diamètre moyen des particules égal à 350  $\mu\text{m}$ . En revanche, si on travaille avec des diamètres trop petits ( $\leq 300 \mu\text{m}$ ) ou trop grands ( $> 1000 \mu\text{m}$ ), on obtient des rendements faibles. La méthode micro-ondes offre des avantages importants par rapport aux alternatives, à savoir le temps d'extraction plus court (30 min vs 3 h pour l'hydro-distillation et 1h pour le pressage à froid) ; meilleurs rendements, impact environnemental (le coût énergétique est sensiblement plus élevé pour l'hydro-distillation ; caractéristiques plus propres (car aucun résidu toxique et aucun solvant utilisé) [22]. En effet, deux précédentes études, menées sur les écorces fraîches ou sèches, de différentes variétés de mandarine, ont donné des rendements compris entre 0,4 et 0,64 % [23].

Ce qui confirme que, en ce qui concerne les agrumes, l'extraction par Micro-Onde donne de meilleurs rendements d'HE que l'hydro-distillation classique [24]. D'autre part, les résultats des analyses physico-chimiques à savoir, les valeurs obtenues de densité relative à 20 °C et d'indice de réfraction à 20 °C sont identiques, quel que soit le diamètre des particules. Ce qui signifie que le diamètre des particules n'a aucune influence sur les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles extraites. En fonction des temps de retentions de nos composés et leur concentration nous avons procédé à une étude comparative sur les différents chromatogrammes de l'HE extraite à partir de trois différents diamètres  $E_1$ ,  $E_4$  et  $E_8$  (Tableau 1). D'après les résultats regroupés au tableau 4, le nombre des pics dénombrés dans chaque Chromatogramme, et le nombre des composés identifiés pour les trois échantillons, sont différents, cela nous confirme que la taille des particules des écorces broyées influe sur la composition chimique des HE. La concentration du composé majoritaire qui est le limonène confirme ce résultat (71,5163% dans  $E_1$ , 75,722% dans  $E_4$  et 93,3183% dans  $E_8$ ) ; d'après les résultats d'analyse par CPG, la granulométrie qui nous donne une HE contenant un nombre de composés supérieure à celui des deux autres, est celui de l'échantillon  $E_4$  (diamètre de particule moyen de 350  $\mu\text{m}$ ) (tableaux 5). Nous concluons que la taille des particules des écorces broyées influe sur la qualité d'extraction et par conséquent sur la qualité des HE en termes de teneur et de composition.

Les images des particules des écorces de mandarine broyées des trois échantillons ( $E_1$ ,  $E_4$  et  $E_8$ ) pris par le MEB ont révélé des structures différentes. Les particules de ( $E_1$ ) (Fig. 5a) ont apparu infiniment petites et contenant un nombre limité des glandes à l'huile dont la plupart est totalement détruites par le broyage, ce qui explique le faible rendement pour cette taille.

Par contre la (Fig. 5b) qui présente les diamètres moyens (350  $\mu\text{m}$ ) montre que les particules contiennent plus de glandes d'HE avec une structure de taille moyenne plate, ce qui augmente la surface de contact et facilite la diffusion de la vapeur d'eau à travers les pores afin d'ouvrir la majorité des poches intérieures et extraire HE. En outre (Fig. 5c) qui présente l'E<sub>8</sub> dont la taille des particules et supérieur à 800  $\mu\text{m}$  a montré des grains plus gros qu'E<sub>4</sub> ce qui empêche la diffusion de la vapeur d'eau à l'intérieur, et dans ce cas la majeure partie des HE reste détenue dans les poches profondes, ce qui explique le faible rendement malgré le nombre des glandes élevé.

## CONCLUSION

Ce travail entre dans le cadre d'une valorisation des ressources végétales disponibles. Cette étude nous a permis d'introduire le paramètre de la granulométrie et d'étudier l'effet de la taille (diamètre) des particules des écorces des fruits de Mandarine : *Citrus reticulata blanco* sur le rendement et la qualité de l'huile essentielle. Ces résultats montrent que la taille des particules des écorces broyées de fruit de mandarine, a une influence remarquable sur le rendement en huile essentielle, et que le rendement le plus élevé (2.2%) est obtenu pour un diamètre moyen à 350  $\mu\text{m}$ . Ce qui montre que pour obtenir un meilleur rendement en huile essentielle de mandarine, il faut travailler avec des poudres d'écorce dont le diamètre moyen est de 350  $\mu\text{m}$ . D'autre part, les résultats des analyses physico-chimiques, à savoir, les valeurs obtenues de densité relative à 20 °C et d'indice de réfraction à 20 °C sont identiques quel que soit le diamètre des particules, ce qui signifie que le diamètre des particules n'a aucune influence sur les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles extraites. Les résultats de l'analyse par CPG (chromatographie en phase gazeuse) confirment que la granulométrie influe sur le rendement d'extraction et la qualité des HE en termes de teneur et de composition. Ainsi l'analyse de la poudre des écorces de mandarine de granulométries différentes par Microscopie électronique à balayage (MEB) nous a permis d'expliquer l'influence de la taille des particules sur le rendement et la qualité des HE, mais ces résultats devront être confirmés par une étude plus spécifique. Au cours de cette étude, nous avons pu caractériser l'huile essentielle de mandarine en termes de rendement et de caractères physico-chimiques. En perspective, il serait intéressant de réaliser les points suivants : (i) Élargir cette étude pour une gamme plus importante de diamètre dans le but de confirmer les résultats obtenus, (ii)

Appliquer cette technique à d'autres variétés, (iii) Appliquer d'autres méthodes d'extraction sur les mêmes échantillons de cette étude pour confirmer les résultats de ce travail.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. Yike , C., Tyler, J.B., Ruihong, & Zhongli, Z. (2019). Integrated Processing Technologies for Food and Agricultural By Products. Academic Press, PP. 217-242. [doi:10.1016/B978-0-12-814138-0.00009-5](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814138-0.00009-5).
- [2]. Agroligne. 2019-2020 : Vers l'effondrement de la production d'agrumes en méditerranée. [consulté le 28 octobre 2021]. url:<https://www.agroligne.com/templates/agro/images/fb.png>.
- [3]. Mostefaoui, H. ; Benfekih L. ; Pierre, P.D. & Saladin, G. (2019). Diversité et distribution des communautés de prédateurs au niveau des vergers d'agrumes dans la Mitidja centrale (Algérie). *Revue Agrobiologia.*, 9(1): P : 1311-1326.
- [4]. Ministère d'industrie (Algérie). Agence nationale de développement des investissements (ANDI). [consulté le 12 mai 2020]. url : <http://www.andi.dz/index.php/fr/contact/direction-generale>
- [5]. Deng, X.; Yang, X.; Yamamoto, M. & Biswas, M.K. (2020). Chapter 3 - Domestication and history. In The Genus Citrus. Woodhead Publishing., Talon, M., Caruso, M., Gmitter, F. G. (Eds), pp 33-55.
- [6]. Ajikumar, Nair S.; Rajani Kurup, SR. ; Akhila, S. & Sabulal, B. (2018). Citrus peels prevent cancer. *Phytomedicine.*, 50:231-237. [doi:10.1016/j.phymed.2017.08.011](https://doi.org/10.1016/j.phymed.2017.08.011)
- [7]. Martín, M.J.; Marhuenda, E.; Perez-Guerrero, C. & Franco, J.M. (1994). Antiulcer effect of naringin on gastric lesions induced by ethanol in rats. *Pharmacology.*, 49(3): 144-150. [doi:10.1159/000139228](https://doi.org/10.1159/000139228)
- [8]. Gordon, P.B.; Holen, I. & Seglen, P.O. (1995). Protection by naringin and some other flavonoids of hepatocytic autophagy and endocytosis against inhibition by okadaic acid. *Journal of Biological Chemistry.*, 270(11):5830-5838. [doi: 10.1074/jbc.270.11.5830](https://doi.org/10.1074/jbc.270.11.5830)
- [9]. Escartin, I. (2011). Guide des agrumes. (Édit). Institut klorane (Lavaur). p: 19.
- [10]. Kémajou, A. & Mba, L.; & Bagda, A. (2012). Effet du séchage sur les principes actifs des plantes médicinales: cas des alcaloïdes totaux des écorces de *Alstonia boonei* Wild, plante antipaludéenne. *Nature & Technology.*, 7:62.
- [11]. Stashenko, E.E.; Jaramillo, B.E.; & Martinez, J.R. (2004). Analysis of volatile secondary metabolites from Colombian *Xylopia aromatica* (Lamarck) by different extraction and headspace methods and gas chromatography. *Journal of Chromatography.*, 1025 (1): 105-113. [doi: 10.1016/j.chroma.2003.10.059](https://doi.org/10.1016/j.chroma.2003.10.059).
- [12]. Emmanuel, W.; Fabien, G. & Christophe, M. (2014). Ed. *Techniques Ingénieur*. [consulté le 22 mars 2019].url: <http://www.techniques-ingenieur.fr>
- [13]. Clevenger, J.F. (1928). Apparatus for the Determination of Volatile Oil. *The Journal of the American Pharmaceutical Association.*, 17 (4):345-349. [doi:10.1002/jps.3080170407](https://doi.org/10.1002/jps.3080170407)
- [14]. Dong-Yang, Z.; Xiao, H.Y.; Ming-Hui, D.; Fu-Yao, W.; Guo-Hua, W. & Long, L. (2015). Variation of essential oil content and antioxidant activity of *Lonicera* species in different sites of China, *Industrial Crops and Products.*, 77:772-779

- [15]. AFNOR. NF ISO 279, (T 75-111). (1999). Essential oils - Determination of relative density at 20 degrees C - Reference method.
- [16]. Rouessac, F. & Rouessac, A. (1992). Analyse chimique, méthodes et techniques instrumentales modernes, Éd. Masson. Paris.
- [17]. Namita Bhuyan, P.C.; Barua, P. & Kalita. A.S.; (2015). Physico-chemical variation in peel oils of Khasi mandarin (Citrus reticulata Blanco) during ripening. *Ind J Plant Physiol.*, 20(3):227-231. [doi:10.1006/jfca.2002.1091](https://doi.org/10.1006/jfca.2002.1091)
- [18]. Souci, S.W., Fachmann, W., et Kraut, H. (1995). Food composition and nutrition tables. Medpharm Scientific Publishers, 6th ed. Stuttgart. pp: 352-354.
- [19]. Garner J.P., & Robert C. (1996). "Huiles essentielles", Constantes chimiques des solvants et produits, *Techniques de l'ingénieur*, k345, p :111-121.
- [20]. Chua, L.Y.; Chong, C.H.; Chua, B.L.; & Figiel, A. (2019). Influence of drying methods on the antibacterial, antioxidant and essential oil volatile composition of herbs: a review. *Food and Bioprocess Technology.*, 12(3): 450-476. [doi:10.1007/s11947-018-2227-x](https://doi.org/10.1007/s11947-018-2227-x).
- [21]. Okoh, O.O.; Sadimenko, A.A.; & Afolayan, A.J. (2007). The effects of age on the yield and composition of the essential oils of *Calendula officinalis*. *JApSc.*, 7 (23): 3806-3810. [doi:10.3923/jas.2007.3806.3810](https://doi.org/10.3923/jas.2007.3806.3810).
- [22]. Mohamed, A.; Ferhat, B.; Meklati, B.Y and Chemat, F.(2007) Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave 'dry' distillation. *Flavour Fragr. J.*, 22: 494-504. [doi:10.3923/jas.2007.3806.3810](https://doi.org/10.3923/jas.2007.3806.3810)
- [23]. Bousbia, N.; Vian, M.A.; Ferhat, M.A.; Petitcolas, E.; Meklati, B.Y.; & Chemat, F. (2009). Comparison of two isolation methods for essential oil from rosemary leaves: Hydrodistillation and micro-wave hydro diffusion and gravity. *Food chemistry.*, 114(1): 355-362. [doi:10.1016/j.jfoodeng.2008.06.034](https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.06.034).
- [24]. Kusuma, H.S.; Putra, F.P.; & Mahfud, M. (2016). Comparison of two isolation methods for essential oils from orange peel (*Citrus auranticum* L.) as a growth promoter for fish: Microwave steam distillation and conventional steam distillation. *J. Aquac. Res. Dev.*, 7: 409-409. [doi:10.4172/2155-9546.1000409](https://doi.org/10.4172/2155-9546.1000409).