

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département des Sciences de la Matière



Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi - B.B.A.



Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi - B.B.A.

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de master

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Analytique

Intitulé :

*Caractérisation phytochimique et évaluation de l'activité
antioxydante et antimicrobienne des huiles essentielles de
Citrus sinensis*

Réalisé par :

KESSAL Khaoula

GUERROUDJ Ines

BOUBATRA Mustapha	MCB	Univ Mohamed El Bachir El Ibrahimi BBA	Président
BEDREDDINE Meriem	MAB	Univ Mohamed El Bachir El Ibrahimi BBA	Encadreur
HACHAICHI Amina	MAB	Univ Mohamed El Bachir El Ibrahimi BBA	Co-Encadreur
AMAMRA Samra	MCA	Univ Mohamed El Bachir El Ibrahimi BBA	Examinatrice
TLIDJANE Hamida	MAB	Univ Mohamed El Bachir El Ibrahimi BBA	Examinatrice

Année Universitaire 2023/2024

Remerciement

Ce mémoire n'aurait jamais pu atteindre sa qualité actuelle sans l'aide de Dieu, source infinie de toute connaissance, qui nous a insufflé la force, la santé et la volonté indispensables pour mener à bien cette entreprise intellectuelle. C'est à Lui que nous rendons grâce en premier lieu.

Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à notre encadrante de mémoire, **Dr. Bedr Eddine Meriem**, et à notre co-encadrante, **Dr. Hachaichi Amina**, pour leurs conseils avisés et leur soutien constant. Nous souhaitons également exprimer notre plus sincère gratitude aux membres du jury : **Dr. Boubatra Mustapha, Dr. Amamra Samra, et Dr. Tlidjane Hamida**, pour avoir accepté d'évaluer notre travail.

Nous remercions tous nos professeurs et tous les membres du département des Sciences de la Matière de l'Université de Mohammed El Bachir El Ibrahimy pour leur aide précieuse durant ces années d'étude.

Enfin, nous remercions toutes les personnes, amis, collègues et membres de nos familles, qui ont participé à la réalisation de ce travail. Que Dieu les bénisse pour leur aide et leur soutien indéfectible.

Dédicace

Je dédie ce travail avec une profonde gratitude :

À mes chers parents, dont le soutien inébranlable a été ma force motrice, m'accompagnant jusqu'à cette ultime étape de mes études.

À mes sœurs, compagnes de vie, sources constantes de soutien et d'inspiration.

À ma précieuse binôme, complice de chaque instant, dont la collaboration et l'encouragement ont enrichi cette expérience.

À mes amies Khouloud et Soundous, présentes avec leur soutien infaillible et leur amitié sincère.

INES ET KHOULDA

Table des matières

Introduction Générale.....	1
I.1. Introduction.....	3
I.2. Anatomie des oranges.....	3
I.3. l'oranger (Citrus sinensis).....	4
I.3.2 Production des oranges en Algérie	6
I.3.3 Domaines d'application des huiles essentielles de citrus sinensis	6
I.4. Les huiles essentielles.....	7
I.4.1. Définition	7
I.4.2. Les méthodes d'extraction des huiles essentielles	8
I.4.3. Composition chimique des huiles essentielles	11
I.4.4. Les propriétés des huiles essentielles	13
I.5. Méthodes de caractérisation des huiles essentielles.....	14
I.5.1. Analyse chromatographie	14
II.1. Introduction.....	18
II.2 Matériaux utilisés.....	18
II.2.1 Matière végétale	18
II.2.2 Matériels utilisés	19
II.3. Procédés d'extraction des huiles essentielles de citrus sinensis.....	19
II.3.1. Hydro-distillation simple	19
II.3.2. Extraction par micro-onde	20
II.3.3. L'extraction par Dean-Stark	20
II.3.4. Hydrodistillation Dean-Stark assistée par micro-ondes	20
II.4. Détermination du rendement d'extraction.....	22
II.5. Caractérisation phytochimique par (CPG/MS)	22
II.6. Etude d'activité antioxydante d'HE.....	23
II.7. Etude d'activité antibactérienne d'HE.....	25
II.7.1. Protocoles d'étude de l'activité antimicrobienne	25
III.1. Propriétés organoleptiques des HE.....	28
III.2. Analyse comparative des rendements des huiles essentielles.....	28
III.3. Analyse chromatographique CPG/MS.....	29
III.4. Activité antioxydante.....	32
III.4. Activité bactérienne de l'huile essentielle de citrus sinensis.....	35
Conclusion.....	37

Liste des figures

Figure I.1 Coupe transversale d'une orange.....	3
Figure I.2 La plantes d'orange (citrus sinensis)	4
Figure I.3 Les feuilles des oranges.....	4
Figure I.4 Les fleurs des oranges	5
Figure I.5 Les graines de citrus	5
Figure I.6 Les huiles essentielles.....	8
Figure I.7 L'extraction par hydrodistillation	8
Figure I.8 Le dispositif de Dean Stark	9
Figure I.9 Système d'extraction par entrainement à la vapeur.....	10
Figure I.10 Dispositif d'expression à froid	10
Figure I.11 Dispositif d'Extraction Assistés Par Microondes.....	11
Figure I.12 L'appariellage de CPG	15
Figure I.13 Schéma de couplage CPG/SM.....	16
Figure II.1 Les zestes d'oranges pures.....	18
Figure II.2 Schéma illustratif des quatre méthodes utilisées.....	21
Figure II.3 Système de chromatographie en phase gazeuse/spectrometrie de masse (cpg/sm).....	23
Figure II.4 Schéma illustratif de la réaction de piégeage du DPPH.....	23
Figure II.5 Test d'évaluation de l'activité anti oxydante par DPPH.....	24
Figure II.6 Évaluation de l'activité antibactérienne par méthode de diffusion sur disque.....	26
Figure III.1 Aspect des H.Ede citrus sinensis.....	28
Figure III.2 Pourcentage de concentration en fonction de temps de retention.....	32
Figure III.3 Changement de couleur pour lee test DPPH.....	33
Figure III.4 Détermination de la valeur IC50 de la vitamineCet de l'huile essentielle d'orange.....	34
Figure III.5 Aromatogramme de l'huile essentielle de citrus sinensis sur E.coli.	36

Liste des tableaux

Tableau III. 1 Propriétés organoleptiques de l'huile essentielle de Citrus sinensis	28
Tableau III. 2 Rendements des huiles essentielles extraites par différentes méthodes d'extractio..	28
Tableau III. 3 Composition chimique des huiles essentielles de Citrus sinensis	28
Tableau III.4 Diamètres des zones d'inhibition (mm) de l'HE de citrus sinensis.....	33

Liste des abréviations

A : ampère

CPG : chromatographie en phase gazeuse

DSMO : diméthylsulfooxide

DPPH: 2,2 diphenyl-picryldrazyl

E-coli : Escherichia coli

FAO : Organisation pour l'alimentation et l'agriculture

g : gramme

H.E : Huile essentielle

ml : millilitre

SM : spectromètre de masse

UV : ultra-violet

Vit .C : vitamine C

µL : microlitre

Introduction Générale

Le *Citrus sinensis*, appartenant à la famille des Rutacées, est abondamment cultivé dans les régions subtropicales à travers le monde. Les fruits de cette plante sont non seulement consommés pour leur goût agréable et leur valeur nutritionnelle, mais également pour les composés bioactifs qu'ils contiennent.

Les composés phytochimiques présents dans les huiles essentielles de *Citrus sinensis*, tels que les terpènes, les flavonoïdes et les alcools, sont responsables de leurs multiples effets biologiques. Ces composés peuvent piéger les radicaux libres, retardant ainsi les processus oxydatifs dans les cellules et contribuant à la prévention de diverses maladies chroniques.

La caractérisation phytochimique de ces huiles essentielles est essentielle pour comprendre leur composition chimique et leurs potentiels bienfaits thérapeutiques. Cette caractérisation permet également de standardiser leur qualité et leur efficacité, ouvrant ainsi la voie à une utilisation plus large et plus contrôlée dans diverses applications industrielles et médicales [1].

L'objectif de cette étude est de caractériser les composés phytochimiques des huiles essentielles de *Citrus sinensis* et d'évaluer leurs activités antioxydantes et antimicrobiennes. Pour ce faire, nous avons utilisé différentes méthodes d'extraction, telles que l'hydro-distillation conventionnelle et l'extraction assistée par micro-ondes, afin de déterminer la méthode la plus efficace. Les propriétés antioxydantes ont été évaluées en utilisant le test du DPPH, tandis que les propriétés antimicrobiennes ont été étudiées contre des souches bactériennes telles que *Escherichia coli* [1, 2].

Notre travail est divisé en trois chapitres. Dans le premier chapitre, une recherche bibliographique est réalisée sur les agrumes, les huiles essentielles, les techniques d'identification des huiles essentielles et les propriétés biologiques. Le deuxième chapitre est consacré à la méthodologie, dans lequel nous décrivons le matériel utilisé et les différentes techniques suivies pour effectuer les différents tests. Le dernier chapitre est réservé à la présentation et à la discussion des résultats.

CHAPITRE I

Concepts Théoriques

I.1. Introduction

Le terme "agrume" désigne des fruits tels que les oranges, les mandarines, les citrons, les cédrats et les pamplemousses. Ces fruits appartiennent à la famille des Rutacées et au genre botanique Citrus, dont l'origine est italienne. Les agrumes sont les fruits les plus consommés au monde, occupant la première place en termes de production fruitière. Selon les statistiques de la FAO (2001), la production mondiale d'agrumes s'élevait à 96 millions de tonnes en 2000. En Algérie, la production totale d'agrumes a atteint 689 467 tonnes en 2007, dont 539 000 tonnes d'oranges, 100 000 tonnes de clémentines et de mandarines, et 50 000 tonnes de citrons et de pomelos. [3].

I.2. Anatomie des oranges

Les oranges sont des fruits qui se composent de différentes parties. Tout d'abord, elles possèdent une couche externe colorée appelée le flavédo, qui tire son nom du mot "flaveur" en raison de la présence de glandes à huiles essentielles. Juste en dessous de cette couche, on trouve l'albédo (ou mésocarpe), une partie blanche et spongieuse qui est riche en pectines. Enfin, la partie de l'orange que l'on peut manger est l'endocarpe, également connu sous le nom d'épiderme interne. Ainsi, chaque partie de l'orange a un rôle spécifique et contribue à la composition globale de ce fruit juteux et savoureux. [4-5].

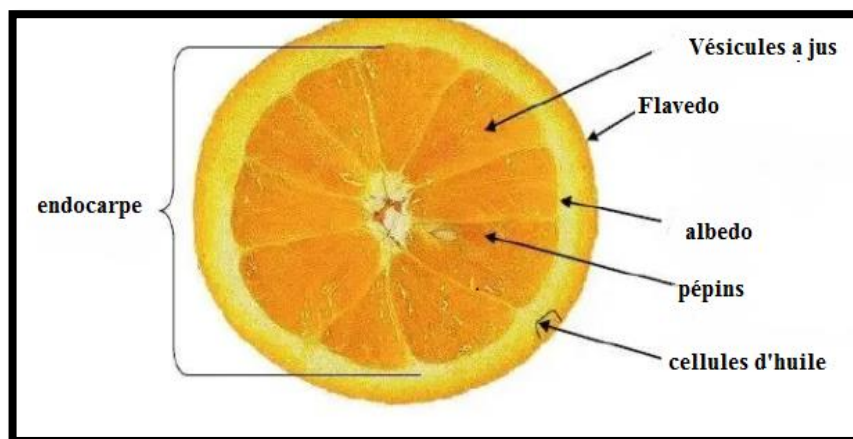


Figure I.1 Coupe transversale d'une orange [4]

I.3. l'oranger (Citrus sinensis)

I.3.1 Description botanique

a) L'apparence

L'orange (*Citrus sinensis*) est un agrume provenant d'un arbre de la famille des Rutacées. Elle inclut des variétés comme les oranges sanguines et les oranges amères. Ce fruit, le quatrième le plus cultivé au monde, est comestible et riche en vitamine C. Les oranges ont généralement une forme arrondie ou parfois allongée, et leurs fleurs sont très odorantes. Le fruit est une baie ronde dont la coloration et la taille varient selon la variété [6-7].



Figure I.2 La plantes d'orange (*citrus sinensis*) [7]

b) Feuille

Les feuilles de l'oranger sont lisses et vert foncé, avec des limbes dentés de formes variées. Elles sont attachées à la tige par des pétioles ailés et dégagent un fort parfum d'agrumes, en raison de leur haute teneur en huile essentielle [8].



Figure I.3 Les feuilles des oranges [9]

c) Fleurs

Les fleurs de l'oranger sont petites, généralement très odorantes, et de couleur blanc pur. Elles ont une saveur aromatique et possèdent 4 à 5 pétales imbriqués [10]. Ces fleurs axillaires sont composées de cinq pétales blancs et de 20 à 25 étamines jaunes [8].



Figure I.4 Les fleurs des oranges [11]

c) Graine

Après la fécondation, l'ovule se métamorphose en graine. Ces graines, d'une teinte allant du blanc au vert pâle [12], abritent un ou plusieurs embryons pourvus de deux cotylédons. Contrairement à d'autres types de graines, elles ne contiennent pas d'albumen, leurs réserves nutritives étant entièrement stockées dans les cotylédons [13].



Figure I.5 Les graines de citrus [9]

I.3.2 Production des oranges en Algérie

En Algérie, le domaine des agrumes regroupe divers types de citrus, notamment les oranges qui représentent 73 % de la surface dédiée aux agrumes. Les autres agrumes tels que les citrons, les mandarines et d'autres variétés occupent respectivement 16 %, 6,9 % et 4 % de cette superficie. La culture des agrumes est principalement localisée dans le nord du pays, dans des zones irriguées bénéficiant de conditions climatiques favorables, élément crucial pour leur développement [14].

L'Algérie occupe la dixième place en termes de production d'agrumes en Méditerranée, avec une production annuelle qui s'élève à 400 000 tonnes [15]. Les wilayas les plus importantes en matière de production d'agrumes sont Blida, qui enregistre une production de 4,1 millions de quintaux, suivie de Mostaganem avec 1,2 million de quintaux, de Tipaza avec 1,1 million de quintaux, et enfin de Chlef [16].

I.3.3 Domaines d'application des huiles essentielles de citrus sinensis

a) Pharmacie

Les propriétés bénéfiques des huiles essentielles de citrus sont largement reconnues par l'industrie pharmaceutique, notamment en ce qui concerne leur utilisation dans les antiseptiques externes en raison de leurs capacités bactériostatiques, bactéricides et antifongiques. Ces huiles sont incorporées dans différentes formulations galéniques et sont également prescrites dans les infusions pour leurs propriétés thérapeutiques. Du fait de leur caractère lipophile, les huiles essentielles de citrus sont aisément absorbées par l'organisme, que ce soit par inhalation, application cutanée ou ingestion. Elles jouent un rôle essentiel dans le développement de médicaments, étant donné que plus de 40 % des produits pharmaceutiques contiennent des principes actifs dérivés de plantes. En particulier, les huiles essentielles de citrus sont intégrées dans une vaste gamme de produits pharmaceutiques, notamment les sirops, les gouttes, les gélules et les pommades. Cette présence diversifiée met en évidence leur polyvalence et leur importance dans le domaine de la santé, illustrant leur capacité à répondre à différents besoins thérapeutiques [11].

b) Agro-alimentaire

Les huiles essentielles extraites de *Citrus sinensis* sont fréquemment employées en tant qu'agents aromatisants dans divers produits alimentaires. Leur arôme frais et plaisant s'avère particulièrement adaptée pour parfumer les boissons, les sucreries, les pâtisseries et les desserts. En plus de leur contribution à l'amélioration sensorielle des denrées, ces huiles présentent des propriétés antimicrobiennes qui ont la capacité d'inhiber le développement de pathogènes alimentaires et de micro-organismes responsables de la dégradation des aliments, ce qui a pour effet de prolonger leur durée de conservation et de garantir leur salubrité. De plus, les huiles essentielles d'orange douce

possèdent des propriétés antioxydantes qui contribuent à prévenir l'oxydation des lipides présents dans les denrées alimentaires, un phénomène susceptible de causer une altération de la qualité et de la valeur nutritionnelle. Par exemple, ces huiles peuvent être intégrées dans des films comestibles et des emballages alimentaires afin de préserver les produits de l'oxydation et d'en prolonger la fraîcheur. Leur utilisation ne se restreint pas uniquement aux produits alimentaires, mais s'étend également aux procédés de production et de conservation. Par exemple, les huiles essentielles peuvent servir de désinfectants naturels dans les installations de transformation alimentaire, diminuant ainsi le recours aux produits chimiques de synthèse et favorisant un environnement de production plus sécurisé et respectueux l'environnement [17].

c) Cosmétique et parfumerie

Les huiles essentielles (H.E.) de *Citrus sinensis* jouent un rôle central dans les industries des parfums et des cosmétiques grâce à leurs propriétés aromatiques exceptionnelles. En effet, l'industrie des parfums utilise environ 60 % des huiles essentielles disponibles pour la fabrication de parfums et de savons, mettant en valeur leur capacité à offrir des fragrances agréables et durables.

Dans le domaine de la cosmétologie, les huiles essentielles de *Citrus sinensis* sont intégrées à divers produits cosmétiques pour leur parfum naturel et séduisant. Elles sont couramment utilisées dans les crèmes hydratantes et solaires, les shampoings, les dentifrices, et les rouges à lèvres, apportant une touche olfactive délicate et rafraîchissante [18].

En plus des cosmétiques, ces huiles sont également essentielles dans la formulation de produits d'hygiène, de détergents et de lessives. Leur capacité à masquer les odeurs désagréables des produits bruts en fait des ingrédients précieux pour améliorer l'acceptabilité olfactive de ces produits. Par exemple, les huiles essentielles d'orange douce ajoutent une note agréable qui améliore l'expérience sensorielle des consommateurs lorsqu'ils utilisent des produits ménagers [19].

I.4. Les huiles essentielles

I.4.1. Définition

Les huiles essentielles, connues également sous le nom d'essences ou d'huiles volatiles, sont des mélanges naturels complexes renfermant les composants volatils des plantes. Elles sont extraites à partir de matières végétales en utilisant divers procédés mécaniques et chimiques, tels que l'extraction de l'épicarpe des agrumes, la distillation à la vapeur d'eau, l'expression, l'incision ou l'enflourage [20-21]. Les huiles essentielles se présentent sous la forme de liquides aromatiques, volatils, odorants et généralement incolores ou légèrement teintés. Elles sont hautement concentrées et peuvent être présentes dans toutes les parties de la plante, telles que les racines, les fruits, les graines, les fleurs, les feuilles, l'écorce et le bois. Ces substances sont stockées dans des cellules

spécialisées de la plante, où elles exercent une fonction essentielle dans divers processus biologiques [22].

Les huiles essentielles sont couramment employées en raison de leurs propriétés aromatiques et thérapeutiques. Leur extraction et leur utilisation exigent une compréhension approfondie des techniques adéquates visant à conserver leurs composants actifs et à optimiser leurs effets bénéfiques.



Figure I.6 Les huiles essentielles [23]

I.4.2. Les méthodes d'extraction des huiles essentielles

a) Hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et standardisée pour extraire une huile essentielle. Le processus implique l'immersion de la matière végétale dans de l'eau, suivie de son chauffage à ébullition à pression atmosphérique. La chaleur de l'eau bouillante entraîne la rupture des cellules végétales, permettant la libération des molécules odorantes et la solubilisation d'une partie de l'huile essentielle présente dans les cellules de la plante [24].

Les huiles essentielles, caractérisées par des points d'évaporation spécifiques, sont entraînées par la vapeur d'eau. Cette vapeur est ensuite refroidie à l'aide d'un réfrigérant utilisant de l'eau froide pour favoriser la condensation des huiles essentielles et de l'eau. Ce qui permet la séparation des deux phases distinctes [25].

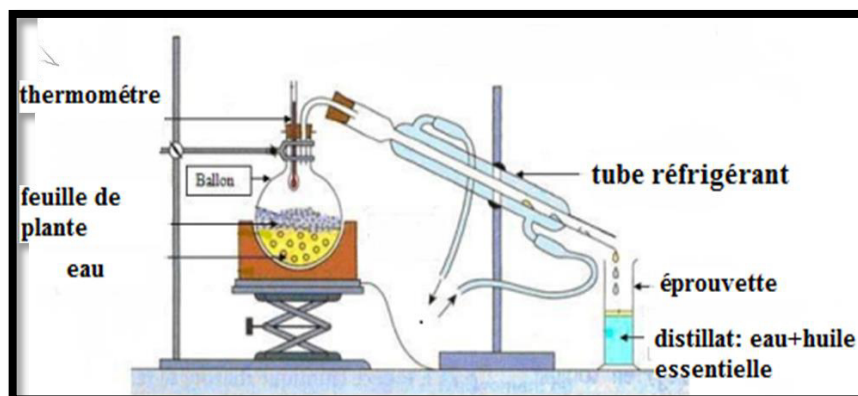


Figure I.7 l'extraction par hydrodistillation.

L'extraction des huiles essentielles à l'aide du dispositif Dean-Stark représente une méthode largement répandue et efficace en chimie organique. Cette technique, mise au point en 1920 par Ernest W. Dean et David D. Stark, repose sur un processus d'entraînement à la vapeur continue utilisant un solvant organique. Le procédé débute par la formation d'un hétéroazéotrope entre le solvant organique et l'eau, engendrant un mélange de vapeurs de composition identique. Ce mélange est ensuite acheminé à travers un condenseur dans lequel il subit un refroidissement, favorisant la condensation des phases. Le produit condensé est recueilli dans un réceptacle gradué, où l'eau et l'huile essentielle se séparent naturellement en deux phases distinctes en raison de leurs densités différentes. Cette technique permet d'extraire de manière précise et efficace les huiles essentielles, tout en préservant leurs caractéristiques volatiles et aromatiques. En raison de sa simplicité et de sa capacité à produire des résultats reproductibles, l'appareil Dean-Stark est devenu un instrument indispensable dans le secteur de la production industrielle et de la recherche scientifique, en particulier dans les secteurs de la parfumerie, de l'aromathérapie et des produits de soins personnels [26].

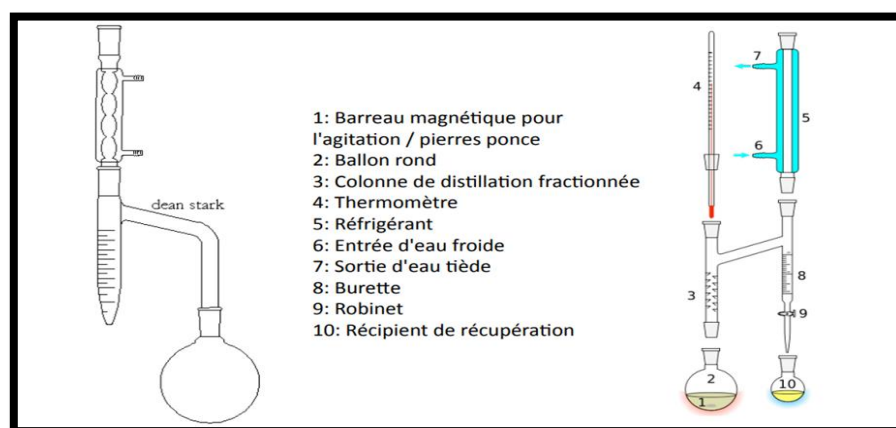


Figure I.8 Le dispositif de Dean Stark [26]

c) Distillation par entraînement à la vapeur d'eau

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau est une technique de purification et de séparation couramment employée pour extraire des huiles essentielles à partir de composés peu ou non solubles dans l'eau. Ce procédé repose sur la volatilisation des composés odorants, notamment les huiles essentielles, par la vapeur d'eau en raison de leur température d'ébullition. La vapeur d'eau, produite par une chaudière, traverse le matériau végétal sans le toucher directement, ce qui entraîne la libération des huiles essentielles emprisonnées dans les cellules végétales. Ces huiles sont ensuite transportées par la vapeur et condensées. Enfin, l'huile essentielle est séparée de l'hydrolat par

décantation simple, ce qui permet une récupération efficace des composés aromatiques. Cette technique est fréquemment employée afin d'obtenir des huiles essentielles de grande qualité, préservant ainsi leurs caractéristiques thérapeutiques et aromatiques. [3,27].

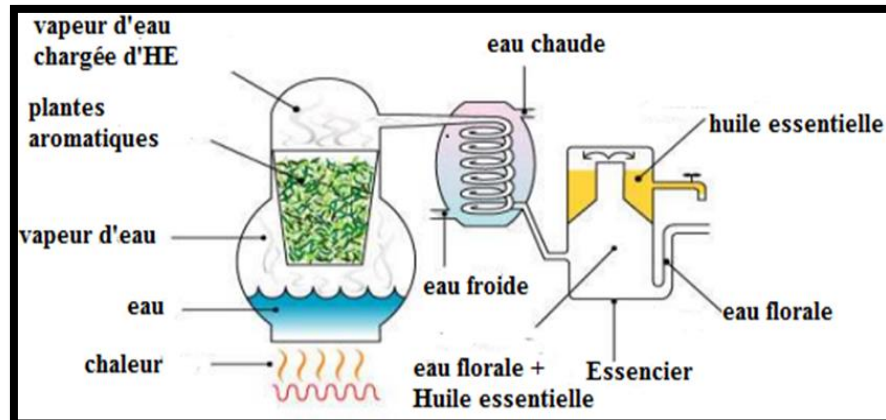


Figure I.9 Système d'extraction par entrainement à la vapeur [28]

d) Extraction à froid

L'expression à froid, également appelée pressage à froid, est une technique mécanique utilisée pour extraire les huiles essentielles des agrumes sans recourir à la chaleur. Ce procédé repose sur l'application de pression sur les fruits, ce qui entraîne la rupture des cellules renfermant l'huile essentielle. Une fois libérée, l'huile essentielle est emportée par un flux d'eau, formant ainsi une émulsion. Cette émulsion est ensuite soumise à une décantation afin de séparer l'huile essentielle de l'eau, permettant ainsi d'obtenir une phase d'huile pure. Cette méthode est particulièrement vantée pour son efficacité et sa capacité à préserver l'intégrité des composés aromatiques et thérapeutiques des huiles essentielles d'agrumes [28].



Figure I.10 Dispositif d'expression à froid [28]

e) Extraction assistée par micro-ondes

L'exploitation des dispositifs d'extraction par micro-ondes pour l'obtention des huiles essentielles à partir des végétaux constitue un progrès technologique significatif dans le domaine de la chimie verte. Cette approche novatrice se caractérise par un mécanisme de transfert thermique particulier, où l'énergie est directement absorbée par le matériau végétal, engendrant ainsi un échauffement de l'intérieur vers l'extérieur. Contrairement aux méthodes classiques de distillation qui requièrent un chauffage prolongé et parfois inefficace, l'extraction par micro-ondes exploite un champ magnétique haute fréquence (2,45 GHz) pour provoquer une rotation dipolaire. Cette rotation engendre une friction entre les dipôles moléculaires, ce qui entraîne une libération rapide et homogène de chaleur [29]. Les bénéfices de cette méthode sont nombreux : elle favorise une extraction plus rapide des huiles essentielles, préservant ainsi l'intégrité des composés aromatiques et thérapeutiques, souvent sensibles à la chaleur. De plus, le processus utilisant les micro-ondes se révèle plus économe en énergie, ce qui réduit de manière significative à la fois le temps de traitement et les coûts opérationnels. En termes de durabilité, cette approche permet de minimiser l'impact environnemental de l'extraction en réduisant la consommation d'eau et les émissions de gaz à effet de serre associées aux méthodes classiques. Ainsi, l'extraction par micro-ondes s'affirme comme une solution privilégiée pour l'industrie, répondant aux exigences croissantes en matière de qualité, d'efficacité et de respect de l'environnement.

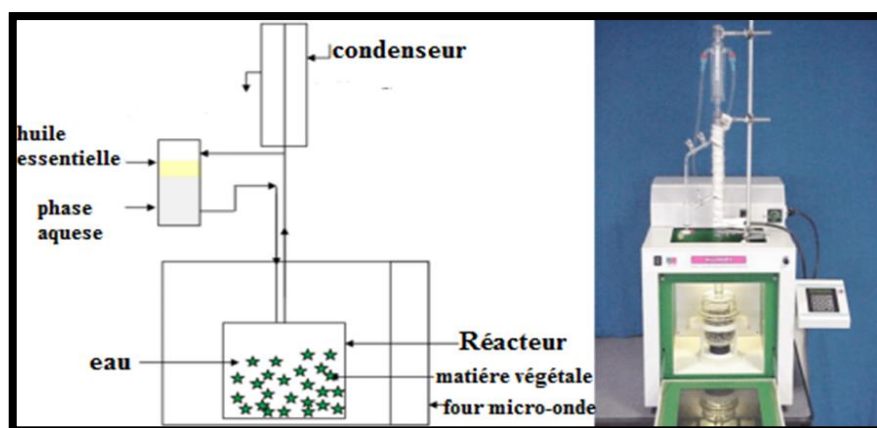


Figure I.11 Dispositif d'Extraction Assistés Par Microondes [29].

I.4.3. Composition chimique des huiles essentielles

Les huiles essentielles renferment une grande variété de composants, principalement des hydrocarbures tels que les terpènes, ainsi que des composés oxygénés tels que les esters, les aldéhydes et les cétones. Il est à noter que certaines huiles essentielles peuvent également contenir des composés azotés et soufrés, qui contribuent à leurs propriétés uniques. Cette diversité de composants chimiques

confère aux huiles essentielles leurs caractéristiques distinctives, à la fois en termes d'arôme et de bienfaits thérapeutiques. Par exemple, les terpènes sont souvent responsables des propriétés antibactériennes et anti-inflammatoires, tandis que les esters sont connus pour leurs effets calmants et relaxants. Les aldéhydes et les cétones, de leur côté, peuvent jouer un rôle dans l'activité antifongique et antispasmodique des huiles essentielles. La complexité chimique des huiles essentielles les rend précieuses dans différents domaines tels que l'aromathérapie, la cosmétique et la pharmacologie [22].

a) Groupe des terpènes

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, qui peuvent présenter une structure cyclique ou linéaire. Leur caractéristique structurale principale réside dans la présence d'unités isopréniques, constituées de cinq atomes de carbone (C_5H_8), dans leur configuration. Ces composés sont classifiés en fonction du nombre d'unités isopréniques qu'ils renferment :

Les monoterpènes sont des composés constitués de deux unités isopréniques ($C_{10}H_{16}$).

Les sesquiterpènes sont des composés constitués de trois unités isopréniques ($C_{15}H_{24}$).

Les diterpènes sont des composés constitués de quatre unités isopréniques ($C_{20}H_{32}$).

Les tétraterpènes sont des composés constitués de huit unités isopréniques, qui conduisent à la formation des caroténoïdes.

Polyterpènes sont des polymères composés d'unités isopréniques (C_5H_8).

Les terpènes servent de précurseurs aux terpénoïdes, qui résultent de la modification des terpènes par l'incorporation de divers groupes fonctionnels tels que des alcools, des aldéhydes, des cétones, des acides, etc. Cette transformation confère aux terpénoïdes une large gamme de propriétés chimiques et biologiques. Ces molécules jouent un rôle essentiel dans la composition des huiles essentielles, leur conférant diverses propriétés aromatiques et thérapeutiques. Par exemple, les monoterpènes sont fréquemment associés à des effets stimulants et antiseptiques, tandis que les sesquiterpènes peuvent présenter des propriétés anti-inflammatoires et sédatives. Les diterpènes et les tétraterpènes, notamment les caroténoïdes, sont significatifs en raison de leurs effets antioxydants et de leur contribution à la pigmentation des végétaux. Par conséquent, la variété structurale et fonctionnelle des terpènes et des terpénoïdes en fait des composés essentiels influençant la composition et les caractéristiques des huiles essentielles [30].

b) Groupe des composés aromatiques

Les dérivés volatils du phényl-propane constituent une catégorie significative, fréquemment associée aux caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles [31]. Ils exercent une influence primordiale sur les arômes et les saveurs des huiles essentielles, contribuant ainsi à leurs propriétés sensorielles uniques. Cette classe inclut des composés odorants tels que la vanilline, l'eugénol, l'anéthol et l'estragol, parmi d'autres [32]. La vanilline est réputée pour son parfum doux et plaisant, largement exploité dans les secteurs de la parfumerie et de l'industrie alimentaire. L'eugénol, caractérisé par son parfum épicé et réconfortant, est fréquemment employé pour ses propriétés antiseptiques et anesthésiques. En ce qui concerne l'anéthol et l'estragol, ils offrent des nuances anisées et sont couramment utilisés dans l'élaboration des saveurs alimentaires et des arômes de boissons.

c) Composée d'origines diverses

Ces produits sont issus de la conversion de molécules non volatiles, principalement par la décomposition de terpènes non volatils. Par exemple, cette décomposition peut survenir par l'auto-oxydation de composés tels que les caroténoïdes ou certains acides gras, comme l'acide linoléique et l'acide α -linoléique. Ce mécanisme conduit à la production de divers composés volatils, tels que le (3-cis hexanol, le décanal et la β -ionone [33].

I.4.4. Les propriétés des huiles essentielles**a) Propriétés physicochimiques**

Les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles présentent une grande variabilité due à divers facteurs tels que l'origine géographique, le climat, les conditions météorologiques, les méthodes de récolte, les techniques d'extraction, etc. Ces variations expliquent les différences significatives observées dans la composition et les proportions de leurs constituants [34]. À température ambiante, les huiles essentielles se présentent généralement sous forme de liquides volatils, à la différence des huiles fixes. La plupart des huiles essentielles sont incolores et ont une densité inférieure à 1, sauf pour certaines comme celles de la cannelle, du clou de girofle et du sassafras. Elles se distinguent par un indice de réfraction élevé et un fort pouvoir rotatoire [35]. De plus, ces huiles sont peu solubles dans l'eau mais se dissolvent facilement dans les alcools, les huiles végétales et la plupart des solvants organiques. Leur sensibilité à l'oxydation les rend sujettes à la polymérisation, ce qui entraîne la formation de résidus résineux. Il est donc crucial de les conserver à l'abri de la lumière et de l'humidité pour préserver leurs propriétés intactes. [37].

b) Propriété biologique

Les huiles essentielles présentent une large gamme de propriétés biologiques qui les rendent particulièrement attrayantes pour diverses applications thérapeutiques et industrielles. Parmi leurs caractéristiques principales, on peut citer leurs propriétés antibactériennes, antifongiques, antivirales et anti-inflammatoires. Les composés actifs tels que les terpènes, les phénols et les aldéhydes contribuent à ces effets, permettant aux huiles essentielles de lutter efficacement contre divers pathogènes, y compris ceux qui sont résistants aux antibiotiques classiques. De plus, certaines huiles essentielles présentent des propriétés antioxydantes significatives, ce qui leur permet de neutraliser les radicaux libres et de protéger les cellules contre les dommages oxydatifs. Cette action s'avère particulièrement bénéfique dans la prévention des maladies chroniques et des processus de vieillissement. Les huiles essentielles présentent des effets immunomodulateurs qui renforcent le système immunitaire et accroissent la résistance de l'organisme aux infections. Leur utilisation en aromathérapie est associée à des effets psychotropes bénéfiques, tels que l'amélioration de l'humeur, la réduction du stress et de l'anxiété, ainsi que la promotion de la relaxation [19].

c) Propriété Médicinale

Les huiles essentielles possèdent des propriétés médicinales importantes, largement attribuées à leur composition riche en constituants terpéniques. Leur utilisation en tant qu'antiseptiques, ainsi que pour leurs effets bénéfiques sur la digestion, les spasmes, la relaxation et la guérison, est solidement documentée. De plus, certaines huiles essentielles démontrent une efficacité contre diverses formes de douleur et sont utilisées dans le traitement des troubles articulaires inflammatoires. Leur capacité à renforcer le système immunitaire et à protéger les cellules vivantes leur confère des propriétés cytophylactiques. En outre, certaines huiles essentielles présentent des activités antitumorales et sont même intégrées dans des stratégies préventives contre certains types de cancers, tels que la *nigelle* et la *mélisse officinale*. Cette conjonction de caractéristiques confère aux huiles essentielles un rôle précieux dans une approche holistique de la santé [38].

I.5. Méthodes de caractérisation des huiles essentielles

I.5.1. Analyse chromatographie

a) La chromatographie en phase gazeuse CPG

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique de séparation qui repose sur la migration différenciée des constituants d'un mélange à analyser. Elle est adaptée aux composés gazeux ou susceptible d'être vaporisés par chauffage sans se décomposer [39]. La CPG est fréquemment employée dans l'analyse des composés chimiques, car les temps de rétention et les aires des pics permettent d'obtenir des données sur la composition relative des échantillons. Néanmoins,

l'identification des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse (CPG) peut s'avérer être une tâche complexe en raison de la variabilité des temps de rétention. Cette variabilité est influencée par divers facteurs, tels que la composition de la phase stationnaire, la température et l'état de la colonne, ce qui rend l'identification basée exclusivement sur les temps de rétention peu fiable [40].

En chromatographie en phase gazeuse (CPG), la phase mobile, connue sous le nom de gaz vecteur (hélium, azote, argon ou hydrogène), circule en continu à travers la colonne. Les détecteurs permettent une analyse sélective et parfois l'identification de mélanges très complexes [41]. Il faut noter que, Malgré les défis liés à la variabilité des temps de rétention, la CPG demeure une méthode essentielle pour la caractérisation des huiles essentielles et d'autres composés volatils, offrant ainsi une précision et une sensibilité élevées pour des analyses détaillées et approfondies. Notamment,

La chromatographie en phase gazeuse peut être associée à des méthodes de détection avancées comme la spectrométrie de masse (CG-SM) afin d'optimiser l'identification et la quantification des éléments contenus dans les huiles essentielles. Cette approche combinée offre une analyse plus rigoureuse et précise des mélanges complexes, ce qui facilite l'exploration approfondie des caractéristiques chimiques et biologiques des huiles essentielles.

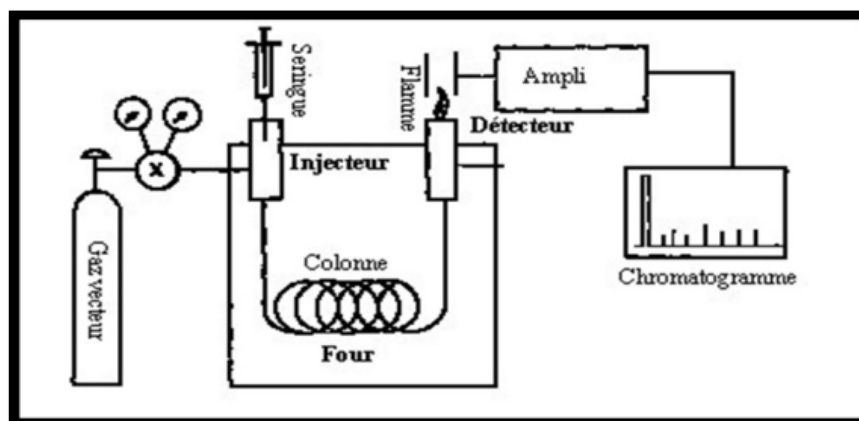


Figure I.12 L'appareillage de CPG [42].

b) Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/MS)

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM) représente une méthode analytique performante employée pour l'analyse et la séparation des divers composants d'un mélange complexe. Cette association synergique des deux techniques permet d'évaluer la masse moléculaire d'une substance et de fournir des détails structuraux approfondis dans la plupart des cas [43]. Dans le domaine de la chimie analytique, l'association de la chromatographie en phase gazeuse (CPG) avec un spectromètre de masse (SM), s'avère être un outil précieux pour l'étude des huiles essentielles. Le fonctionnement de la spectrométrie de masse repose sur l'ionisation des molécules par des électrons, provoquant ainsi la fragmentation des molécules en ions positifs.

Ces fragments composent le spectre de masse de la molécule analysée. Cette méthode permet d'identifier les composés contenus dans un échantillon et de les comparer aux spectres présents dans des bibliothèques de spectres informatisées ou des bases de données propres au laboratoire [40]. En raison de sa précision et de sa sensibilité, la CPG-SM est un outil essentiel pour la caractérisation détaillée des huiles essentielles et d'autres substances complexes.

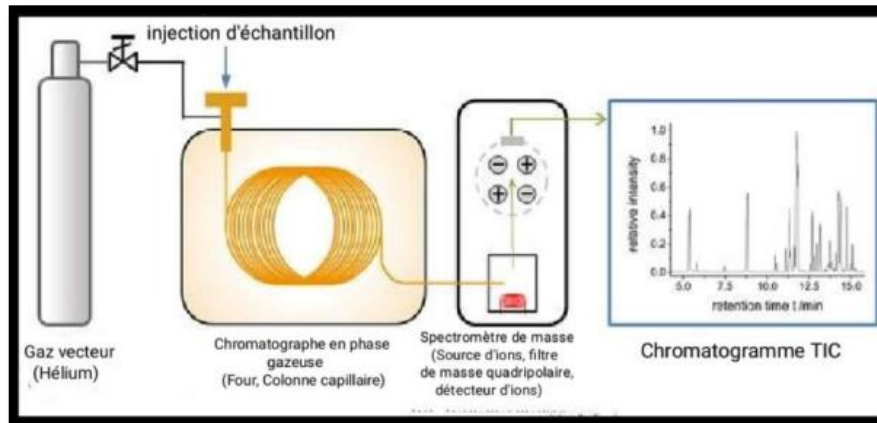


Figure I.13 Schéma de couplage CPG/SM [40]

Chapitre II

Matériels et Méthodes

II.1. Introduction

Ce chapitre porte sur les aspects techniques des matériaux employés dans notre recherche, ainsi que sur les méthodes suivies pour évaluer l'activité antioxydante et antibactérienne de l'huile essentielle de *Citrus sinensis*. Nous exposons également les techniques de caractérisation utilisées pour examiner le profil phytochimique de l'huile essentielle. Plus précisément, nous discutons des méthodes chromatographiques et spectroscopiques mises en œuvre pour identifier et quantifier les composés actifs, offrant ainsi une compréhension approfondie de sa composition chimique et de ses propriétés biologiques.

II.2 Matériaux utilisés

II.2.1 Matière végétale

La matière végétale utilisée dans cette étude est constituée des fruits d'orange douce *Citrus sinensis* (originaires du nord de l'Algérie), achetés sur le marché de la wilaya de BBA entre janvier et avril 2024. Les fruits ont été sélectionnés en fonction de critères descriptifs de l'espèce *Citrus sinensis* (variété Thomson navel). Les fruits frais ont été préalablement lavés et essuyés à l'aide d'une serviette en coton. Par la suite, les fruits ont été finement râpés afin d'obtenir les zestes d'orange (fraiche) (**Figure 13**).



Figure II.1 Les zestes d'oranges pures

II.2.2 Matériels utilisés

- Balance électronique
- Verre de montre
- Chauffe ballon
- Réfrigèrent
- Ballon
- Bécher
- Dispositif Dean Starck
- Microonde
- Éprouvette graduée
- Pissette
- Spectrophotomètre UV visible
- Ampoule à décanter
- Tube à essai en verre
- Boite pétrie

II.3. Procédés d'extraction des huiles essentielles de citrus sinensis

II.3.1. Hydro-distillation simple

C'est la méthode la plus couramment utilisée pour l'extraction des huiles essentielles. Elle consiste à chauffer un ballon contenant les zestes d'orange fraîche et de l'eau distillée. Le mélange est porté à ébullition. La vapeur qui se dégage des zestes se condense à l'aide d'un réfrigérant. Par la suite, le mélange est séparé à l'aide d'une ampoule à décanter, en raison de la différence de densité entre les huiles essentielles et l'eau [44].

Le procédé consiste à immerger une quantité de 75 g de zestes d'orange purs fraîche dans un ballon contenant 370 ml d'eau distillée et placé sur une source de chaleur. Le mélange est chauffé pendant 3 heures, favorisant ainsi la libération des molécules odorantes des cellules végétales. Les vapeurs sont ensuite condensées à l'aide d'un réfrigérant, permettant aux huiles essentielles de se séparer de l'eau en raison de leur différence de densité. Enfin, l'huile obtenue est stockée dans des flacons teintés et hermétiquement scellés à une température de 5°C.

II.3.2. Extraction par micro-onde

Cette méthode consiste à extraire les produits naturels et les huiles essentielles en utilisant un rayonnement micro-ondes pour chauffer le mélange, ce qui permet de libérer les huiles des matières végétales. Les molécules volatiles sont ensuite évaporées et entraînées avec les composés d'eau, puis condensées dans un réfrigérant, facilitant ainsi la récupération efficace de l'huile essentielle [1].

Le protocole expérimental Consiste à introduire 75 g de zestes purs d'orange fraîche dans un ballon contenant 370 ml d'eau distillée. Le dispositif d'extraction par micro-ondes est inséré dans un four à micro-ondes, et le processus de chauffage est maintenu pendant une durée de 12 minutes. Par la suite, les huiles essentielles sont extraites par décantation à l'aide d'une ampoule à décanter.

II.3.3. L'extraction par Dean-Stark

Cette méthode repose sur l'entraînement à la vapeur continue par un solvant organique, ce qui entraîne la formation d'un mélange de vapeurs avec le solvant. Après refroidissement, ce mélange est condensé et recueilli dans un tube gradué, où la séparation des phases s'opère grâce à la disparité de densité [2].

Le protocole de travail et les conditions opératoires restent identiques à celles d'une extraction de type Clévenger, à la différence que le dispositif Clévenger est remplacé par un dispositif de type Dean-Stark tel que présenté dans **la figure 8**.

II.3.4. Hydrodistillation Dean-Stark assistée par micro-ondes

Les essais d'extraction par hydrodistillation Dean-Stark ont été réalisés à l'aide d'un four à micro-ondes. La verrerie employée, identique à celle utilisée pour la méthode Dean-Stark traditionnelle, a été adaptée pour fonctionner sous l'influence des micro-ondes. [3].

Le protocole expérimental et les conditions opératoires ont été conçus en combinant les principes des méthodes Dean-Stark et micro-onde. Une quantité de 75 g de matière végétale fraîche a été placée dans un ballon contenant 350 ml d'eau distillée. Ensuite, le dispositif Dean-Stark a été assemblé et positionné dans un four à micro-ondes. Le mélange a été chauffé pendant 12 minutes. À la fin de l'opération, le mélange d'extraction obtenu a été transféré dans une ampoule à décanter pour permettre la séparation des huiles essentielles de l'eau.

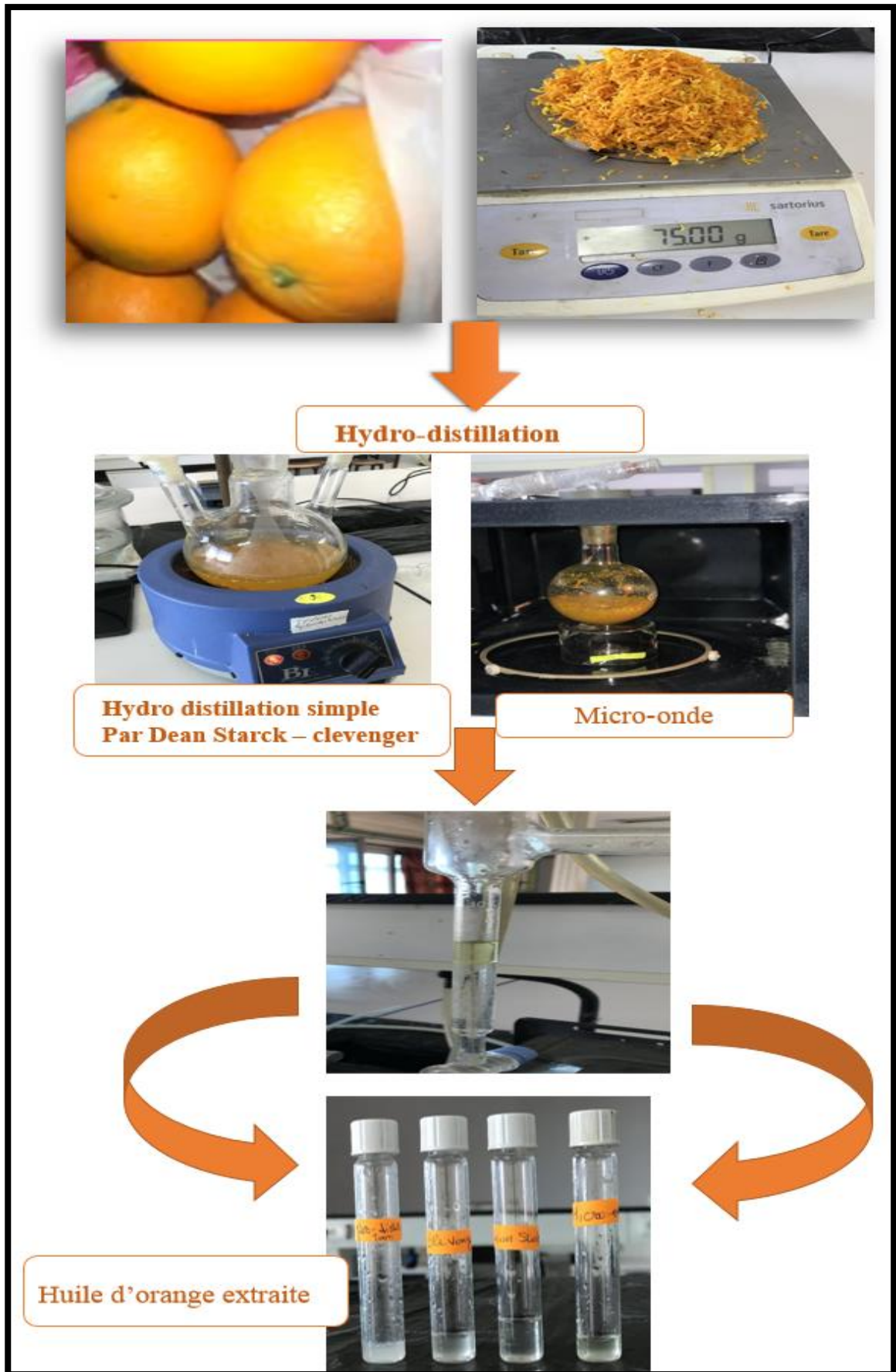


Figure II.2 Schéma illustratif des quatre méthodes utilisées

II.4. Détermination du rendement d'extraction

Le rendement en huile essentielle (HE) est déterminé en calculant le rapport entre le poids de l'HE extraite et le poids de la biomasse végétale utilisée pour l'extraction. Ce rendement est exprimé en pourcentage (%) et est calculé selon la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{PHE}{Pmv} \times 100$$

Où

R : rendement en HE (%)

Phe : poids de l'HE extraite (g)

Pmv : poids du matériel végétal traité (g) [5].

II.5. Caractérisation phytochimique par (CPG/MS)

L'analyse CPG de huile essentielle extrait par l'extraction de Dean Stark assistée par microonde a été réalisée à l'aide d'un appareil SHIMADZU GC 2030 doté d'une Colonne Restek RXI-5MS (30 m*0,25 mm, épaisseur du film 0,25 µm). La température du four a été réglée à 60 °C pendant 8 minutes comme isotherme, en utilisant l'hélium comme gaz vecteur à un taux de 0,5 ml/min. Les paramètres de fonctionnement de spectrométrie de masse (MS) étaient les suivants :

- Potentiel d'ionisation : 70 eV
- Courant d'ionisation : 2 A
- Température de la source d'ions : 200°C
- Résolution : 2000
- Temps de balayage : 5 s
- Plage de masse du balayage : 30-600 u
- Rapport de crachats : 50 :1
- Volume injecté : 1,0 µL.

L'identification des composés de l'huile essentielle s'appuyait sur l'analyse de leurs temps de rétention et sur la comparaison des spectres de masse obtenus avec les bibliothèques de spectres NIST

et Wiley disponibles sur l'appareil. Cette méthode permet une identification précise en confrontant les pics détectés avec les références spectrales répertoriées dans ces bibliothèques.



Figure II. 3 Système de chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (cpg/ms)

II.6. Etude d'activité antioxydante d'HE

L'activité antioxydante des huiles essentielles extraites des zestes d'oranges pures a été déterminée par méthode de piégeage des radicaux libres DPPH (1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl ; α , α -diphényl- β -picrylhydrazyl). Ces derniers sont pratiquement les radicaux libres les plus stables. À travers cette méthode, on ne considère que l'activité antioxydante n'est autre que la capacité des antioxydants d'agir comme piégeur des radicaux libres. Ils agissent en transférant un atome d'hydrogène, ce qui conduit à la disparition de la couleur violette de la solution de DPPH pour avoir une couleur jaune au cours de la réaction.

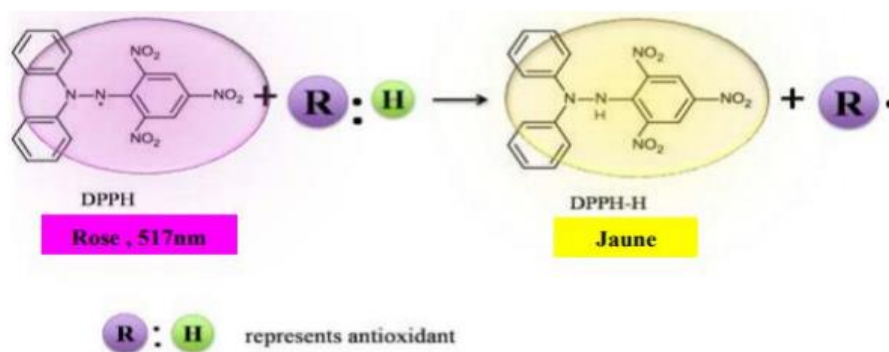


Figure II.4 Schéma illustratif de la réaction de piégeage du DPPH

Le protocole expérimental suivi était celui de **Boumerfegue et al. (2012)** avec certaines modifications. Cinquante microlitres de cinq différentes dilutions (6.2, 12.5, 25, 50, 100 mg/ml) des HE (Huile extrait par technique de Dean Starck assistée par microonde) dans le méthanol sont ajoutés à 5 ml d'une solution méthanolique de DPPH à 0.005%. Après Agitation, le mélange a été laissé pour une incubation à l'obscurité pendant 30 min et l'absorbance a été mesurée contre un blanc à 517 nm. L'acide ascorbique a été utilisé comme standard. Le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH (I%) est calculé Suivant la formule :

$$\text{DPPH (\%)} = \frac{(\text{AB}-\text{AE})}{\text{AB}} \times 100,$$

Où

AB : c'est l'absorbance de la solution contenant seulement le DPPH.

AE : c'est l'absorbance de la solution de l'extrait en présence de DPPH [7].

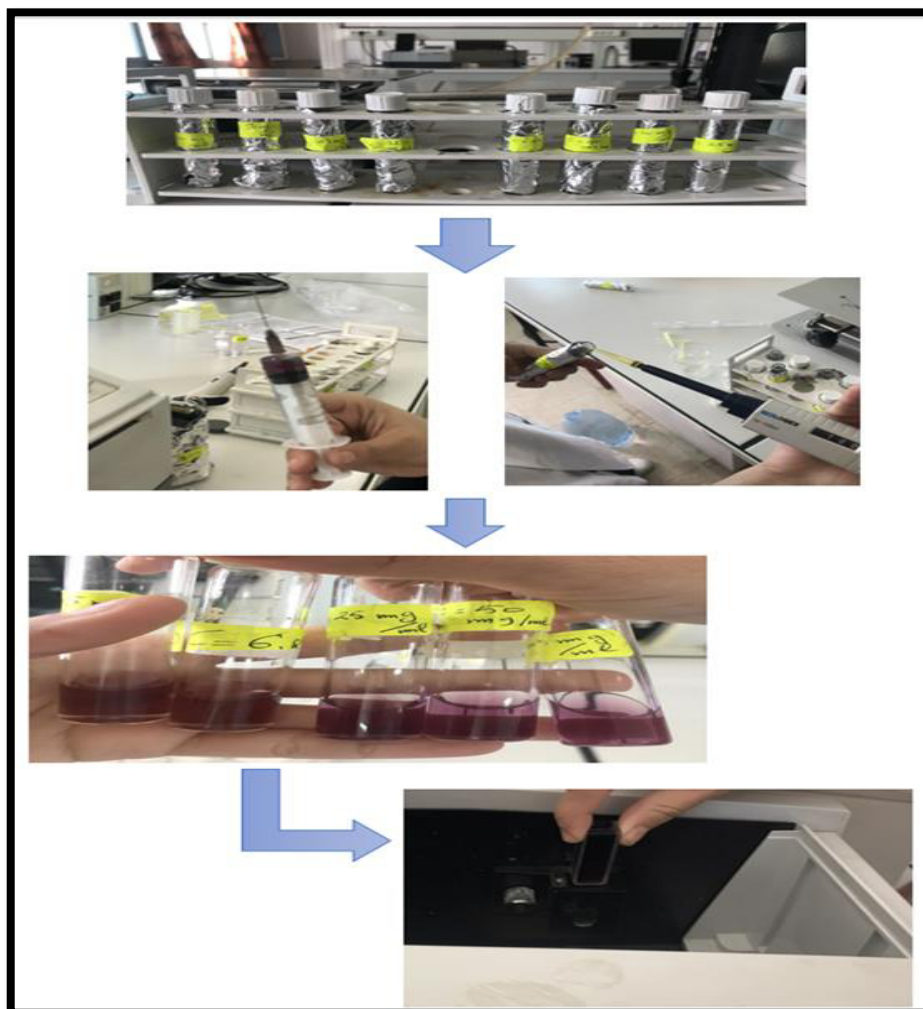


Figure II.5 Test d'évaluation de l'activité antioxydante par DPPH.

II.7. Etude d'activité antibactérienne d'HE

L'étude de l'activité antibactérienne a été réalisée au niveau d'un laboratoire d'analyse médical privé localisé à la wilaya de BBA, sur une seule souche bactérienne *Escherichia Coli* (Game négative). L'activité antimicrobienne a été évalué en utilisant la technique de diffusion sur disque appelée aromatoگرامme.

II.7.1. Protocoles d'étude de l'activité antimicrobienne

a) Préparation de Milieu de culture

Dans le cadre de nos expériences, le milieu de culture de Mueller-Hinton a été employé, une gélose riche en composés provenant de l'infusion de viande de bœuf, de l'hydrolysate acide de caséine et de l'amidon de maïs. La gélose Mueller-Hinton (MH) a été coulée dans des boîtes de Pétri avec une épaisseur de 4 mm et pré-séchée avant utilisation.

b) Préparation de l'inoculum

A partir d'une culture pure des bactéries sur milieu de revivification (gélose nutritive) ayant au maximum 24h, on racle à l'aide d'une pipette pasteur scellée quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques.

Par la suite, on décharge la pipette pasteur dans 5 ml d'eau physiologique stérile, puis la suspension bactérienne est homogénéisée ; sa turbidité doit correspondre à 0,5 McFarland, ce qui équivaut à 10^8 UFC/ml. Pour les bactéries, l'inoculum est ajusté à une concentration de 10^8 cellules/ml (avec une DO de 0,08 à 0,1) en mesurant la densité optique à une longueur d'onde de 625 nm.

c) Préparation des dilutions d'huile essentielle

Pour pouvoir obtenir différentes concentrations de l'huile essentielle extrait par Dean Stark assistée par microonde de *Citrus sinensis* (60, 40, 20 ug/ml), nous l'avons diluée dans le DMSO (diméthylsulfoxyde), sachant que ce dernier n'a aucun pouvoir antibactérien puissant [45].

d) l'aromatoگرامme par diffusion sur milieu gélosé

Des disques de papier whatman (6mm) sont disposés à égale distance les uns des autres (jusqu'à 3 disques par boîte) et de telle façon à éviter le chevauchement des zones d'inhibitions sur Muller Hinton préalablementensemencée par écouvillonnage avec la souche testée. Une légère pression sera exercée sur chaque disque afin d'obtenir une bonne adhérence.

Avec une micropipette réglable de 10 à 100 μ l, nous déposons aseptiquement sur chaque disque 20 μ l de chaque dilution d'HE.

Après 24h incubation à l'étuve à 37°C, la lecture sera effectuée, en cas d'activité d'HE, une zone circulaire d'inhibition (halo d'inhibition) apparait. Selon la taille du halo d'inhibitions, nous distinguerons :

- Des germes résistants à l'huile essentielle : halo de 6 mm;
- Des germes assez sensibles à l'HE = ++: halo de 8 à 9 mm;
- Des germes très sensibles à l'HE = +++: halo de plus de 9 mm [45]

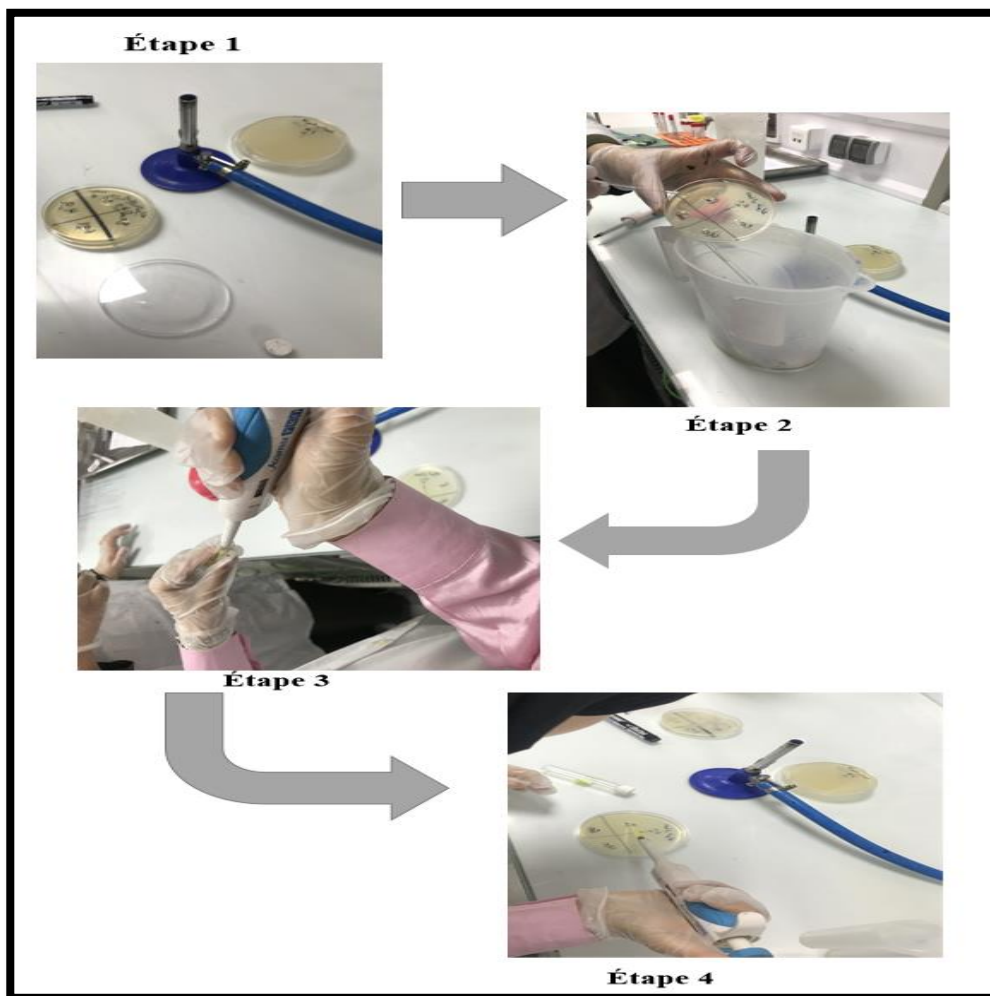


Figure II.6 Évaluation de l'activité antibactérienne par méthode de diffusion sur disque.

Chapitre III

Résultats et Discussion

III.1. Propriétés organoleptiques des HE

Les propriétés organoleptiques, telles qu'indiquées dans le tableau ci-dessous, mettent en évidence les particularités des huiles essentielles de *Citrus sinensis*.

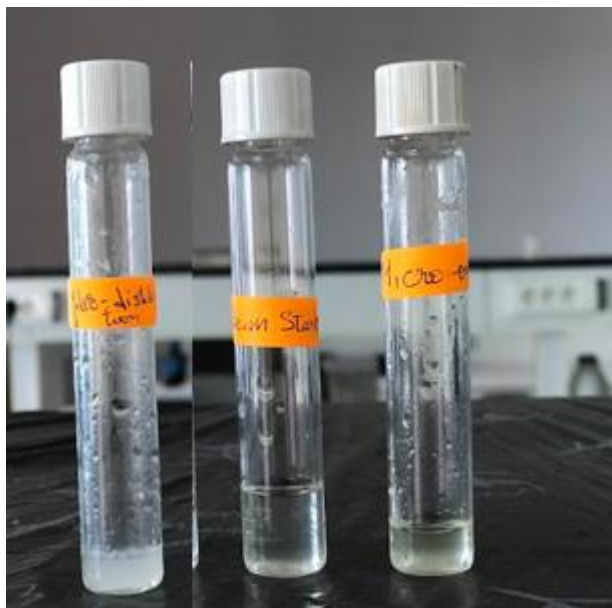


Figure III.1 Aspect des H.E. de *Citrus sinensis*

Tableau III.1 Propriétés organoleptiques de l'huile essentielle de *Citrus sinensis*

Caractéristiques	Huile essentielle de <i>Citrus sinensis</i>
La couleur	Jaune pâle
L'odeur	Une forte odeur d'orange
Aspect	Liquide, mobile

III.2. Analyse comparative des rendements des huiles essentielles

Différentes techniques sont utilisées pour extraire les huiles essentielles de *Citrus sinensis*. Trois essais sont effectués pour chaque méthode pour vérifier la validité des résultats. Les résultats obtenus, en pourcentage, sont exposés dans le tableau suivant :

Tableau III.2 Rendements des huiles essentielles extraites par différentes méthodes d'extraction.

Les méthodes d'extraction	Hydro distillation type simple	Dean-Stark	Extraction par micro-onde	Dean Stark assistée par microonde
Rendement	0,6%	1,8%	1%	2%
Temps	3h	3h	12 min	12 min

Il est observé que la méthode d'extraction la plus efficace pour une période de 3 heures est la méthode de Dean Stark, avec un taux de rendement de 1,8 %. Ce résultat dépasse celui obtenu par hydrodistillation simple, qui est de 0,6 %.

La technique de Dean Stark implique la récupération des vapeurs contenant l'huile essentielle dans une partie spécifique de l'appareil, connue sous le nom d'appareil de Dean Stark. Cet équipement est composé d'une burette où se déroulent les processus de décantation et de séparation entre les phases organique et aqueuse, assurant ainsi la préservation de la quantité totale d'huile essentielle. En revanche, lors de l'hydro-distillation, les vapeurs contenant l'huile sont collectées dans un bécher, puis transférées dans une ampoule à décanter pour procéder à la séparation des phases. Cette méthode entraîne des pertes d'huile essentielle, car une partie de l'huile reste adhérente aux parois, ce qui réduit la quantité finale récupérée.

En ce qui concerne le temps d'extraction, les résultats ont clairement démontré que l'utilisation du dispositif à micro-ondes permet d'obtenir un temps d'extraction nettement plus court par rapport à celui obtenu en utilisant la méthode de chauffage traditionnelle.

Les résultats obtenus permettent de déduire que la méthode la plus efficace pour l'extraction des huiles essentielles de *Citrus sinensis* est celle qui combine l'utilisation du dispositif Dean Stark avec l'assistance des micro-ondes. Cette conclusion est fondée sur deux avantages majeurs : le gain de temps considérable offert par le chauffage par micro-ondes et l'efficacité supérieure d'extraction démontrée par le dispositif Dean Stark. Ces résultats sont cohérents avec l'étude réalisée par **Verkiari et al. [46]** dans laquelle ils mentionnent que le climat, la zone géographique, la méthode d'extraction employée sont des facteurs qui peuvent avoir un impact direct sur le rendement.

III.3. Analyse chromatographique CPG/MS

L'identification des composés de l'huiles essentielle par CPG/MS (Chromatographie en phase gazeuse/Spectrométrie de masse) a été essentiellement basée sur la comparaison du spectre de masse de la molécule inconnue avec celui fourni par la base de données disponible sur l'ordinateur couplé au spectromètre de masse. Après avoir procédé à l'injection de l'échantillon d'huile essentielle selon les conditions opératoires préalablement décrites, les résultats obtenus sont synthétisés dans le **tableau 3**, tandis que le chromatogramme correspondant est présenté dans **la figure 18**.

Tableau III.3 Composition chimique des huiles essentielles de Citrus sinensis

N°	Composé	Temps de rétention (min)	Concentration %
1	Pinène	9,559	1,15%
2	Thujene	11,903	0,93%
3	β -Pinène	13,074	4,17%
4	Octanal	13,808	5,65%
5	3-Carene	14,277	0,68%
6	D-Limonène	15,928	69,04%
7	β -Ocimene	16,996	0,21%
8	γ -Terpinène	17,655	0,15%
9	Acideformique ,ester octylique	18,599	2,83%
10	2-Carene	19,716	0,20%
11	Linalool	20,623	3,91%
12	Nonanol	20,909	0,42%
13	Cyclohexane-1-ol,1-méthyl4	21,970	0,11%
14	Citronellal	24,404	0,07%
15	1-Nonanol	25,782	0,15%
16	Terpinene-4-ol	25,996	0,71%
17	α -Terpineol	26,966	1,41%
18	Décanal	28,139	1,93%

19	Cyclohexane-1-ol,2-méthyl5	28,971	0,23%
20	Nérol	29,693	0,58%
21	Néral	30,521	1%
22	Géraniol	31 ,551	0, 36%
23	Citral	32,593	1,41%
24	1-Décanol	32,790	0,57%
25	p-Mentha-1,8-dien-7-ol	33.858	0.17%
26	Dodecanal	41.699	0.54%
27	beta.-Panasinsene	46.802	2.02%
28	Butylated Hydroxytoluene	48.051	0.12%
29	(-)-.alpha.-Panasinsen	48.238	0.12%
30	beta.-Cadinene	48.660	0.15%
31	9,12-Tetradecadien-1-ol, (Z,E)-	49.068	0.27%
32	Junipercamphor	56.245	0.10%
33	alpha.-Santalol	58.519	0.21%
34	trans-Geranylgeraniol	59.840	0.41%
Total			100%

Les données présentées dans le tableau 3 révèlent que le principal composé identifié dans l'huile essentielle de citrus sinensis est le Limonène (D-Limonène), représentant 69,04% de la composition. Suivi par, l'Octanal (5,65%) et le β -Pinène (4,17%). Ces résultats concordent avec ceux de **Neng-guo et al. [47]** , qui ont identifié le limonène comme le composant majoritaire, représentant 77,49 %, tout en signalant la présence de γ -terpinène (3,34 %), de pinène (1,49 %), de linalool (0,22 %) et de β -ocimène à hauteur de 0,27 %.

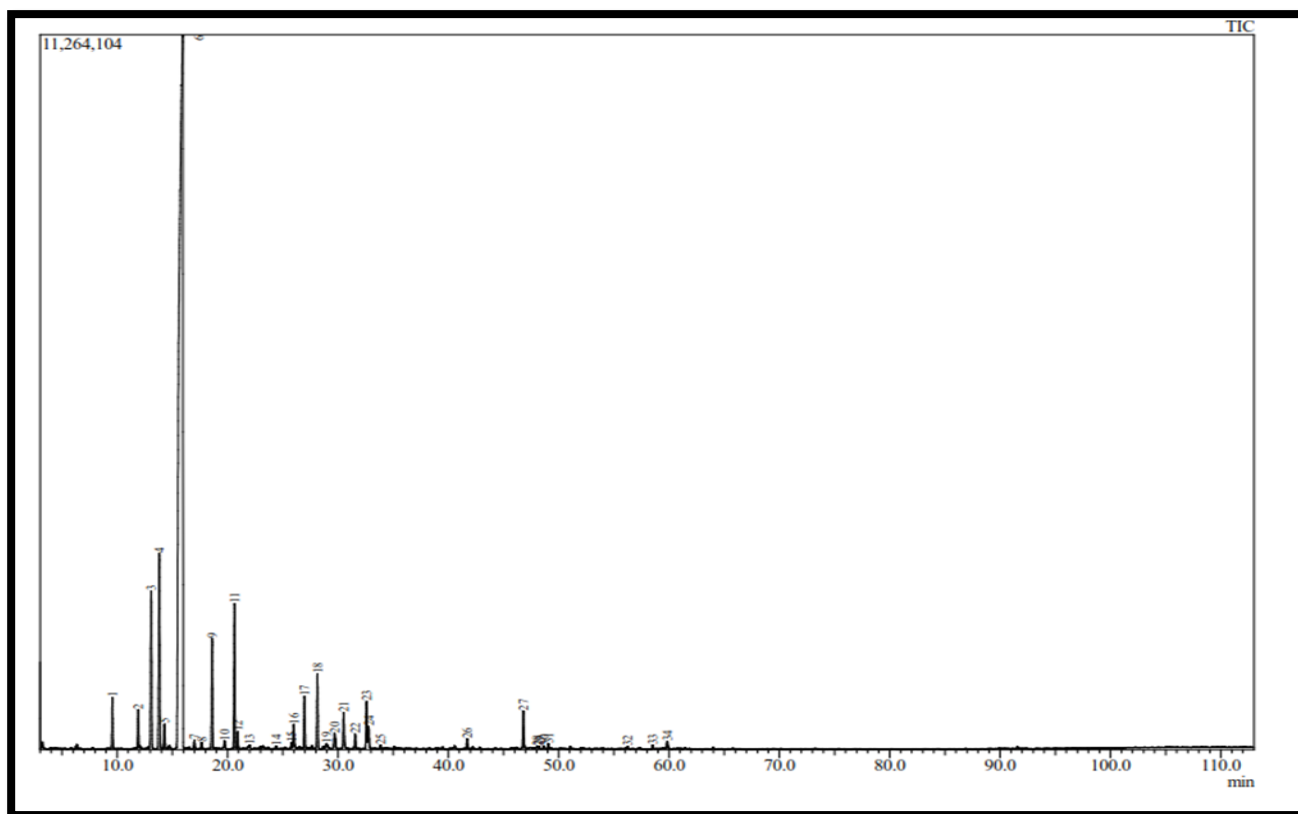


Figure III.2 Pourcentage de concentration en fonction de temps de rétention.

Il est bien de noter que les variations qualitatives et quantitatives de la composition chimique de l'HE d'orange peuvent dépendre de plusieurs facteurs qui sont : les conditions climatiques, les conditions géographiques et période de la récolte. Cette constatation a été corroborée par la recherche menée par **Houmy N et al [48]** sur une variété des Citrus. Les résultats de cette étude ont révélé que les huiles essentielles analysées étaient principalement composées de D-limonène, avec des taux compris entre 56,44%, 84,57% et 85,51% pour El Hamra, El Maamoura et El Mahdia respectivement, tandis que les taux pour Shemsia, El Gharbaouia et El Marzaka se situaient entre 93,12%, 94,99% et 100%.

En somme, cette étude approfondie nous a permis d'identifier un total de 34 substances chimiques présentes dans cette variété algérienne de Citrus sinensis.

III.4. Activité antioxydante

La méthode employée pour évaluer l'activité antioxydante des huiles essentielles était la méthode de piégeage des radicaux libres DPPH.

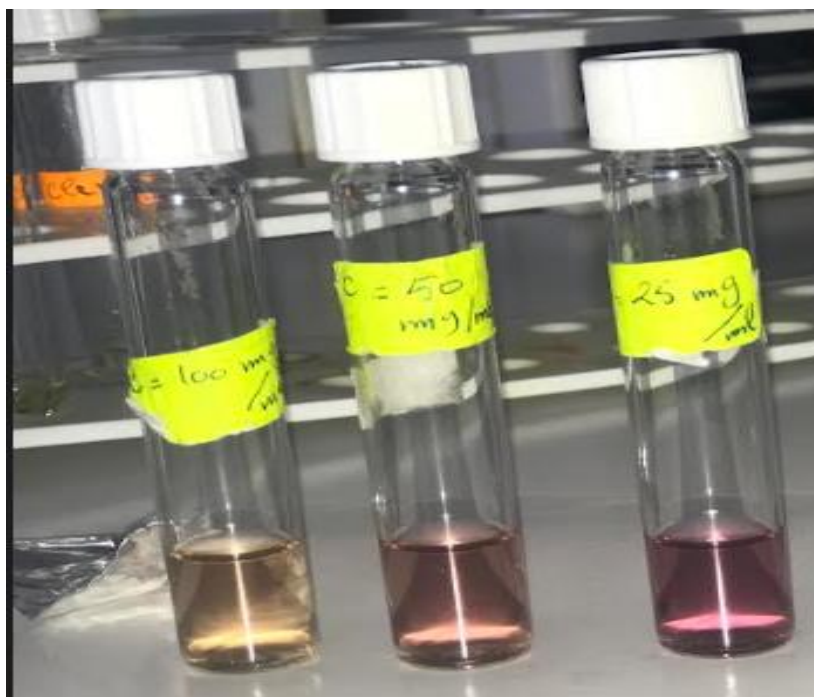


Figure III.3 Changements de couleur pour le test DPPH.

Les résultats ont été exprimés en pourcentage d'inhibition IC50, qui correspond à la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire de moitié (50%) la concentration initiale de DPPH. Une valeur d'IC50 plus faible indique une capacité antioxydante plus élevée de la substance. Les valeurs de l'IC50 ont été déterminées graphiquement par régression linéaire, comme illustré dans **la Figure 20**. Cette méthode permet de quantifier précisément l'efficacité antioxydante des échantillons testés, fournissant des informations cruciales pour évaluer leur potentiel en tant qu'agents antioxydants naturels.

Les résultats ont mis en évidence une corrélation positive entre l'augmentation des concentrations et le pourcentage d'inhibition des radicaux libres, aussi bien pour les huiles essentielles que pour la vitamine C. Par exemple, à une concentration de 100 mg/ml, le taux d'inhibition des radicaux libres s'élève à 86 % pour les huiles essentielles, tandis qu'il atteint 94 % pour la vitamine C. En revanche, à une concentration de 6,2 mg/ml, l'inhibition des radicaux libres est de 23 % pour les huiles essentielles, comparativement à 24 % pour la vitamine C. On outre, on a enregistré une valeur d'IC50 de 15,88 mg/ml pour les huiles essentielles de *Citrus sinensis*, légèrement plus élevée que celle du standard, la vitamine C, qui a présenté un IC50 de 14,42 mg/ml. Cela suggère que l'activité antioxydante des huiles essentielles de *Citrus sinensis* est légèrement moindre que celle de la vitamine C, notre antioxydant de comparaison. Il convient cependant de souligner que les huiles essentielles issues de *Citrus sinensis* conservent une capacité antioxydante

significative, malgré cette légère variation. La similitude des valeurs d'IC50 met en lumière le potentiel des huiles essentielles de *Citrus sinensis* en tant qu'alternative naturelle aux antioxydants synthétiques ou établis tels que la vitamine C. Leur utilisation pourrait ainsi présenter des avantages supplémentaires, notamment en termes de propriétés aromatiques et antimicrobiennes, ce qui élargirait leurs applications potentielles dans les secteurs alimentaire, cosmétique et pharmaceutique.

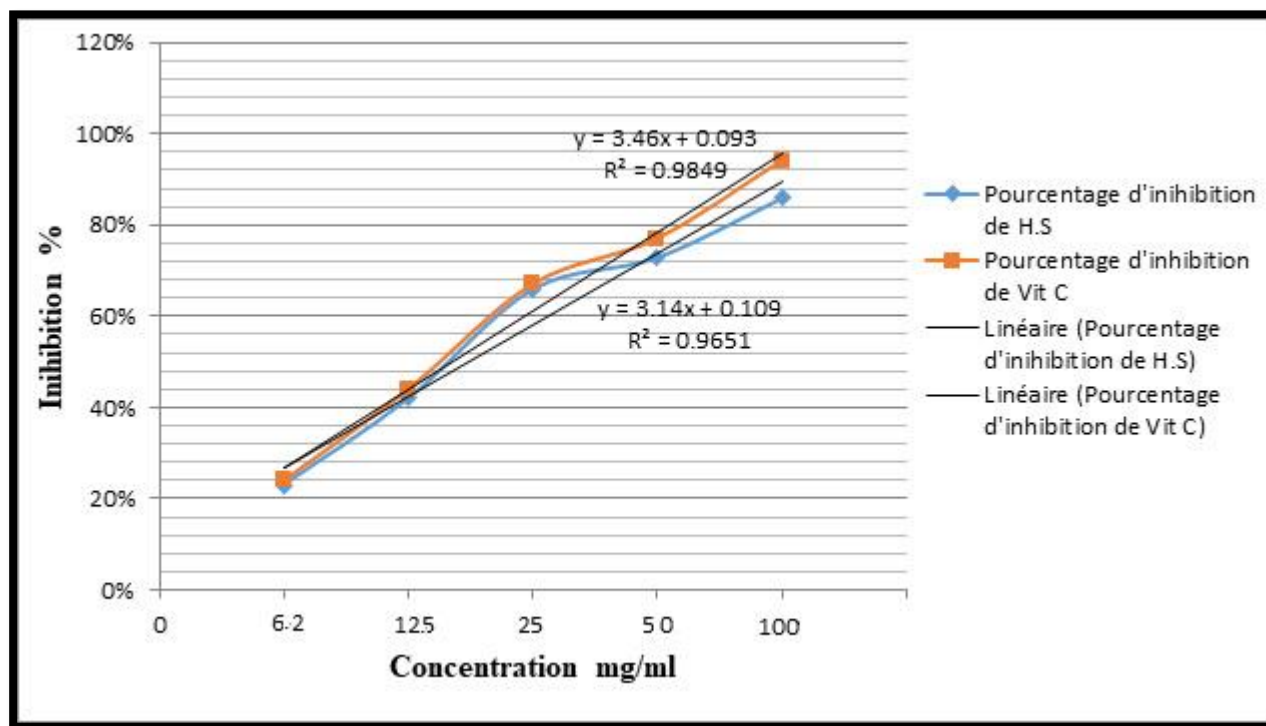


Figure III.4 Détermination de la valeur IC50 de la vitamine C et de l'huile essentielle d'orange.

Il est important de noter que les résultats obtenus dans cette étude sont en corrélation avec ceux mentionnés dans la littérature, tels que les travaux de Shabnam Javed et al. [62]. Ces chercheurs ont démontré que toutes les huiles d'écorces d'agrumes possèdent un fort potentiel pour réduire le radical DPPH en DPPH-H, avec des taux d'inhibition allant de 83 % à 91 %. L'activité antioxydante la plus élevée a été observée pour la mandarine (91,1 %), suivie de la tangerine (88 %), du pamplemousse (87,2 %), de l'orange maltaise (86 %) et de l'orange mousami (83,2 %) à une concentration de 500 μ l/ml.

La variation du pouvoir antioxydant observée peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment les conditions de séchage et d'extraction, les méthodes d'extraction, le moment et la méthode de récolte, le type de solvant utilisé et le nombre d'étapes d'extraction. En outre, la structure et la qualité des composés chimiques présents dans l'huile essentielle jouent également un rôle crucial. Cette diversité de facteurs souligne l'importance de standardiser les méthodes d'extraction et de caractérisation pour

mieux comprendre et comparer les capacités antioxydantes des différentes huiles essentielles d'agrumes.

III.5 Activité antibactérienne de l'huile essentielle de *Citrus sinensis*

La méthode des aromatogrammes est la technique choisie pour évaluer l'activité antibactérienne de l'huile essentielle. Pour interpréter nos résultats, on a choisi une échelle de mesure de l'activité antimicrobienne établi par **Ponce et al. (2003)**, qui répartisse les diamètres des zones d'inhibition en 4 classes :

- Non sensible ou résistante (-) : diamètre < 8 mm
- Sensible (+) : diamètre entre 8 et 14 mm
- Très sensible (++) : diamètre entre 14 et 19 mm
- Extrêmement sensible (+++) : diamètre > 19 mm

Le tableau ci-dessous présente les résultats des tests d'activité antibactérienne des huiles essentielles extraites de *Citrus sinensis*.

Tableau III.4 Diamètres des zones d'inhibition (mm) de l'HE de *Citrus sinensis*.

Bactérie	Concentration ug/ml	Diamètre de disque (mm)	Diamètre de la zone d'inhibition (mm)
E-COLI	60 ug/ml	6 mm	14,5 mm

D'après l'échelle mentionnée par **Ponce et al. [63]**, il a été observé que l'huile essentielle (H.E.) de *Citrus sinensis* démontre une activité antibactérienne contre les bactéries *E. coli* à une concentration de 60 µg/ml. Cependant, à des concentrations en deçà de 60 µg/ml, l'huile essentielle ne manifeste pas une activité antibactérienne notable vis-à-vis de cette souche bactérienne. Toutefois, il est impératif de réaliser des tests complémentaires afin d'évaluer l'efficacité antimicrobienne des huiles essentielles extraites de *Citrus sinensis* sur diverses souches bactériennes. Cette démarche permettrait d'optimiser l'exploitation potentielle de ce type d'huile essentielle en médecine, qu'elle soit traditionnelle ou conventionnelle.

Il convient de souligner que, en raison de contraintes techniques, d'autres souches bactériennes n'ont pas été prises en compte dans le cadre de cette étude.

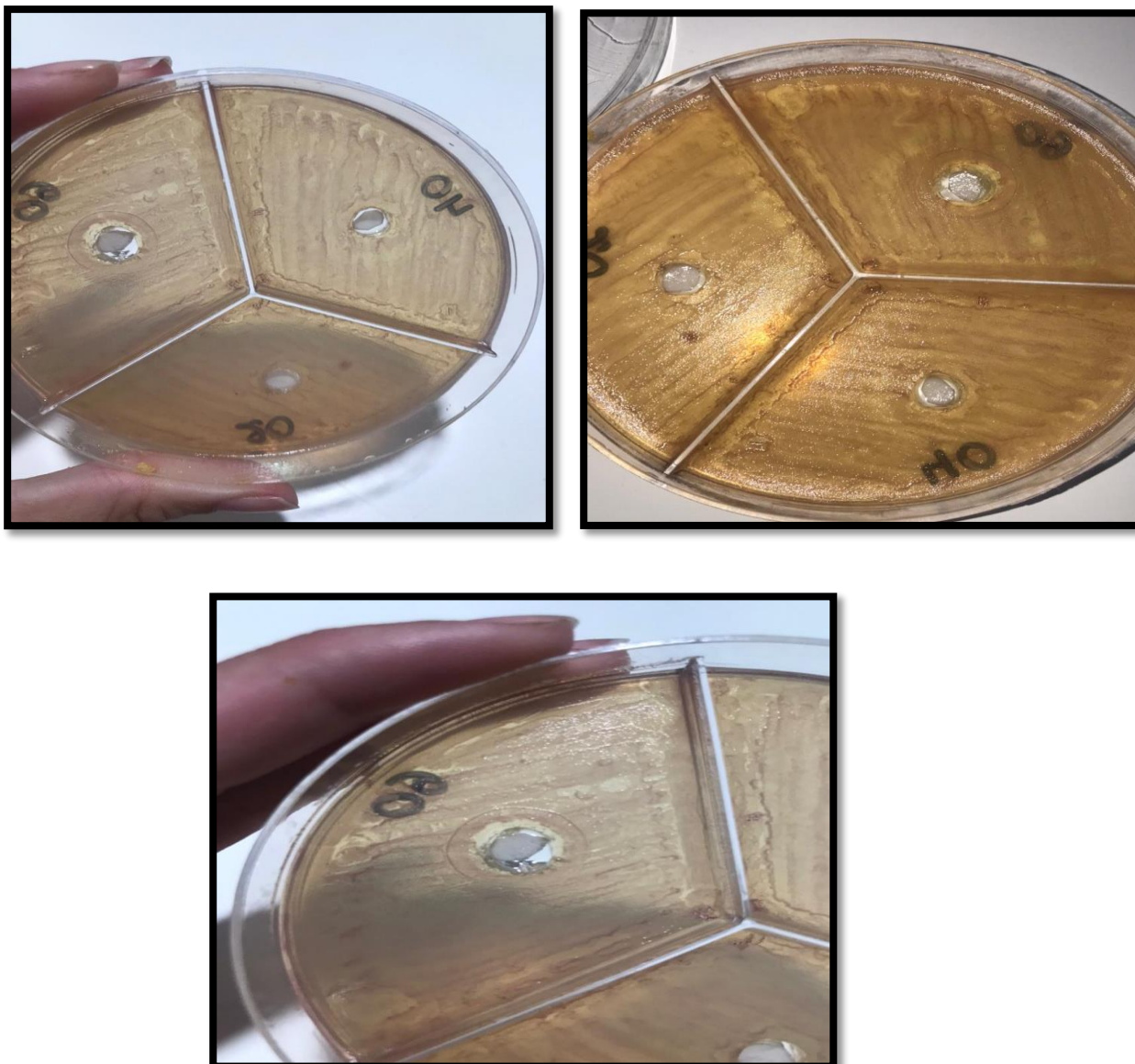


Figure III.5 Aromatogramme de l'huile essentielle de citrus sinensis sur E.coli.

Conclusion

Les agrumes, notamment les oranges, occupent actuellement la deuxième position dans le commerce mondial des produits végétaux. Dans le secteur agroalimentaire, les oranges sont largement utilisées pour la production de vitamine C, de jus et de pectines. Néanmoins, le processus de transformation des oranges engendre une quantité significative de résidus, principalement constitués d'écorces. Ces écorces, souvent considérées comme des sous-produits, renferment des huiles essentielles contenant des composés aux propriétés biologiques notables. En valorisant ces déchets, il devient envisageable de fabriquer des huiles essentielles aux multiples applications, allant des domaines alimentaires aux secteurs cosmétiques et pharmaceutiques, favorisant ainsi une exploitation plus durable et efficace des ressources agricoles.

L'objectif de notre travail était d'extraire les huiles essentielles d'écorce d'orange en utilisant différentes méthodes d'extraction. Nous avons comparé les rendements obtenus par chaque méthode afin de déterminer celle qui est la plus efficace pour extraire les huiles essentielles des Citrus. L'activité antioxydante des huiles essentielles a été évaluée à l'aide de la méthode DPPH, tandis que leur activité antibactérienne a été testée par la méthode de diffusion sur disque. Ces tests ont permis d'estimer le potentiel biologique de ces huiles essentielles. Enfin, une identification des composés chimiques présents dans les huiles essentielles de Citrus a été réalisée à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/MS). Cette analyse nous a permis de déterminer les différents composants de l'huile essentielle responsables de ses activités biologiques.

L'extraction de l'huile essentielle de l'écorce d'orange par la méthode des micro-ondes s'est révélée prometteuse en raison de sa rapidité. En effet, cette approche a permis d'atteindre un rendement de 1,8 % en seulement 12 minutes, tandis que la méthode conventionnelle, bien que produisant un rendement de 2 %, exige 3 heures pour ce faire.

L'huile essentielle que nous avons obtenue présente une puissante activité antioxydante, atteignant un taux d'efficacité de 86 % par rapport à celui de la vitamine C, évalué à 93 %. Les huiles essentielles extraites de l'écorce d'orange révèlent donc un potentiel antioxydant important, les rendant ainsi une bonne candidate pour des applications dans différents domaines tel que l'agroalimentaire.

L'analyse de l'activité antibactérienne, effectuée à l'aide de la méthode de l'aromatogramme, a mis en évidence la forte action antimicrobienne de l'huile essentielle d'orange, en particulier contre *Escherichia coli*, à une concentration de 60 µl.

L'analyse qualitative et quantitative des huiles essentielles extraites de l'écorce de *Citrus sinensis*, réalisée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, a permis l'identification de 34 composés chimiques. Les principaux composants de ces huiles essentielles sont le limonène (69,04 %), suivi de l'octanal (5,65 %) et du β -pinène (4,17 %).

Références Bibliographiques

- [1] **HOSNI K., ZAHED N., CHERIF R .ET ABID I .**Composition of peel essential oils from four selected Tunisian Citrus species: Evidence for the genotypic influence. Food Chemistry, 2010 ,123(4): p. 1098-1104.
- [2] **GHANIA ANNOU1, SAÏD MOSBAH ET AL.** Physicochemical Indexes and Evaluation of Antioxidant, Antihemolytic and Antibacterial Activities of Citrus sinensis and Citrus limon Peel Essential Oils, University of Al-Qadisiyah , College of Agriculture, 2023, Vol.13.
- [3] **LUCCHESI M E.** Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes conception et Application à l'extraction des huiles essentielles, chimie, université de la reunion , 2005 ,p16-26.
- [4] **ALIOUANE FATIHA.** Étude de l'extraction du limonène à partir des écorces d'orange, Chimie Pharmaceutique. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. 2015, p 2.
- [5] **LURO FRANÇOIS, COSTANTINO GILLES, OLLI TRAUT PATRICK, CURK FRANCK.** Les agrumes du Nord de la Méditerranée, Origine et évolution de la diversité des agrumes, Éditions Alain Piazzola, éditeur Ajaccio, 2022, p 45.
- [6] **ANDRE CASSAN.** Guide des agrumes, Fondation d'Entreprise pour la Protection et la Bonne Utilisation du Patrimoine Végétal, édité par Institut Klorane, 2008, p12.
- [7] **LOUBAR KATIA ET MEBARKI YASMINA.** Intérêt des sous-produits d'agrumes, Génie Alimentaire, Université A. MIRA de Bejaia, 2020, p 4-5.
- [8] **PRITI DONGRE, CHANDRASHEKHARDOIFODE A, SHAILYCHOUDHARY B, NEERAJ SHARMA.** Botanical Description, Chemical Composition, Traditional Uses And pharmacology Of Citrus Sinensis, 2023, vol 8,p 2.
- [9] **PARLE M.** Chaturvedi D. Orange: range of benefits. International research journal of pharmacy, vol 3, n° 7, 2012, p 60-61.
- [10] **POLESE J.M,** La culture des agrumes. Edition artémis, 2008, n°84416, p94.
- [11] **NEBBAK LYNDA - BERDANE SELMA.** Caractérisation physico chimique des huiles Essentielles des écorces fraîches et sèches de l'orange Citrus Sinensis et évaluation de leur activité antioxydant, biotechnologie et valorisation de plantes, 2020, p20.
- [12] **BADJI NADJAT.** Analyse du caryotype et évaluation de l'activité antioxydant des huiles essentielles de Citrus limon et Citrus aurantium, Pharmacologie Moléculaire, Université de béjaia ,2012, p15.

- [13] **CERDAGNE ISABELLE.** L'orange Amer : Citrus aurantium var. Amara Link, pharmacie, université de limoges, 2004, p19.
- [14] **BOUNAB DJAMEL EDDINE,** Chaabi Yamina. Etude de la variabilité morphologique au sein d'une collection d'agrumes cultivée à l'Est Algérien, W. Skikda, Biologie et physiologie de la reproduction, Université des Frères Mentouri Constantine, 2018, p9-10.
- [15] **HARKATI MEHDI ET AL.** Etude De Qualité De Jus D'orange Commercial (Rouiba/Tchina), Qualité Des Produits Et Sécurité Alimentaire, Université 8 Mai 1945 Guelma 2022,18p.
- [16] **OUISSAM, k. (s.d.).** Erosion génétique des espèces agrumicoles dans la wilaya skikda, Arboriculture fruitière en zone subhumide, université 20 aout 1955, 2014.
- [17] **HELLALI NAIMA.** Evaluation de quelques modes extraction en fonction De k composition chimique dans la plante CymbopogonSchoenanthus (L.) de la région d'Illizi, Synthèse Organique et Phytochimie, Université Kasbi Merbah Ouargla, 2007.
- [18] **HAMADOU TOUKI .**Caractérisation des huiles essentielles des épices : Girofle, Poivre noir, Ourgla : Université KasdiMerbah, Génie des Procédés, 2017.
- [19] **OUIS N.** étude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil, chimie, université ahmed ben bella d'Oran, 2015, p 07-18-19-20
- [20] **CAVALLI J. F.** Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMNdu carbone-13 d'huiles essentielles, madagascar , Chimie Organique et Analytique, Université de Corse Pascal Paoli, 2002.
- [21] **Budavari, S. O'NEIL, M. J.; SMITH, A.; HECKELMAN, P.E.; KINNEARY, J.F.** The Merk Index.Development and Validation of an LC-MS/MS Method for Quantitative Analysis of Mirtazapine in Human Plasma, 2011, Vol 2, N°6.
- [22] **RAUL L. H. O.** Substitution de solvants et matières actives de synthèse par une combine « solvant/actif » D'origine végétale. Toulouse, Sciences des Agroressources, L'institut National Polytechnique De Toulouse ,2005.
- [23] **TOUATI AMINA.** Eco-extraction d'huile essentielle de L'écorce d'Orange et de Citron par micro-onde sans solvant .Sécurité Alimentaire et Assurance Qualité, Université Aboubakr Belkaïd–Tlemcen.2020, p37.

[24] **MNAYER D.** Eco-Extraction des huiles essentielles et des arômes alimentaires en vue d'une application comme agents antioxydants et antimicrobiens, chimie, l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. 2014, p9.

[25] **BEDDEK Mahdjouba, HEDJAR LAMIA.** Etude phytochimique et activités biologiques d'une plante médicinale du bassin méditerranéen le romarin « *Rosmarinus offi-cinalis L*, Biotechnologie et Valorisation des Plantes, Université Mouloud Mammeri.2017, p18.

[26] **PROFESSEUR JEAN-FRANÇOIS Nicoud.** montage de dean and stark, Chimie, Université de Strasbourg,p1-2.

[27] **SAHRAOUI, N.** Mise au point d'un nouveau procédé d'extraction d'huiles essentielles Assisté par microondes: Application à la valorisation des plantes locales et comparaison avec les procédés conventionnels. Génie Chimique, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger,2012, p6.

[28] **Pr. E.H BENYOUSSEF.** Modélisation du transfert de la matière dans les procédés d'extraction traditionnels, Génie Chimique, Ecole Nationale Polytechnique, 2015, 6p.

[29] **BOUSBIA N.** Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires, sciences alimentaire, Université d'Avignon; Institut national agronomique (El Harrach, Algérie).2011, 128p.

[30] **HERNANDEZ-Ochoa L.R.** Substitution de solvants et matières actives de synthèse par combiné « Solvant/ Actif ». D'origine végétale .l'Institut National Polytechniques de Toulouse. France .2005.

[31] **TEISSEIRE P J.** Chimie des substances odorantes. 1ère édition, paris, France, 1991,480p.

[32] **BABA-AHMED SARAH.** Modélisation des cinétiques d'extraction des huiles essentielles par les Réseaux de Neurones Artificiels « RNA ». Génie Chimique. Ecole Nationale Polytechnique, 2018, p20.

[33] **PIOCHON M.** Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse, Université du Québec à Chicoutimi, Canada, 2008.

[34] **VALNET, J.** Aromathérapie : traitement des maladies par les essences des plantes, édition 10, Editeur Maloine. S.A, 1984.

[35] **AMIOUR, A.** Les plantes aromatiques et les antioxydants. Protection des Ecosystèmes, Université des Frères Mentouri Constantine. Algérie, 2017.

[37] **ZABEIROU Hachimou** .Étude comparative entre les Huiles essentielles de la Menthe Verte (MenthaSpicta L) et de la Poivree(MenthaPiperita L) dans la région d’Ouargla . Biochimie, Université de Kasdi Merbbah Ouargla, 2005.p16.

[38] **DIDI AÏCHA OUMEIMA ,YAKOUBI SOFIA INES.** Extraction analyse et encapsulation d'huile essentielle de déchets de citron (Citrus limon) et déchets d'orange (Citrus sinensis) en vue de leurs valorisation, Bio-industrie Analyse et contrôle, Université les frères mentouri de constantine, 2021, p 11.

[39] **NIGRI SORAYA** .Prédictions, Simulations et Applications à l’Analyse des Composés Organiques par la Chromatographie en Phase Gazeuse, option chimie, Université Badji Mokhtar, Annaba.2007.

[40] **SUTOUR SYLVAIN.** Etude de la composition chimique d’huiles essentielles et d’extraits de menthes de corse et de kumquats, 2010, p23

[41] **BELOUCIFA MOUFIDA.** Etude Par Gc-MS Des Huiles Essentielles De: NigellaSativa, PistaciaLentiscus, Et PunicaGranatum, Chimie Physique, 2014, p7-8.

[42] **ACHOUR RADJA, AOUNW ASSILA, KHIEREDDINE FOUZIA.** Méthodes d’extraction,d’identification et purification des huiles essentielles, Biochimie appliquée, Université Larbi Tebessi –Tebessa,2022,81p

[43] **BENDALI ABDELAZIZI, OULEBSIR CHAHINEZet.al.** Impact De La Formulation Sur Le Potentiel Antifongique De L’huile Essentielle Du Bigaradier Citrus AurantiumL. Biotechnologie, Université Blida 1, ,2019 .

[44] **KHADIDJA YUCEF-ETTOUMI1 ET al.** Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of Algerian Citrus sinensis essential oil extracted by hydrodistillation assisted by electromagnetic induction heating, Association of Food Scientists & Technologists (India) 2020, p7.

[45] **Ponce, A, G., Fritz, R., Delvalle, C., Roura, S, I.** (2003). Antimicrobial activity of essential oils on the native micro flora of organic Swiss Shard. Lebensmwisstechnol ,2003.

[46] **VERKIARI ET AL,** Composition and seasonal variation of the essential oil from leaves and peel of the lemon variety. Journal of Agriculture and food chemistry, 2002, vol5, n°1, p.147-153.

[47] **NENG-GUO TAO , YUE-JIN LIU ET MIAO-LING ZHANG**, Chemical composition and antimicrobial activities of essential oil from the peel of bingtang sweet orange (*Citrus sinensis* Osbeck) ,2009, p1283.

[48] **Houmy N. et al. AFRIMED AJ –Al Awamia (129)**. Etude comparative des huiles essentielles de six variétés des nouvelles obtentions d'agrumes cultivées au Maroc ,**2020 p. 226-239**

Summary

Citrus sinensis, belonging to the Rutaceae family, is renowned for its medicinal and aromatic properties, mostly due to the presence of essential oils in its many components. The objective of our study is to extract the essential oil from Citrus sinensis peels using various extraction methods and evaluate its antioxidant and antimicrobial activity.

The identification of chemical compounds was performed using gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS). The antioxidant activity was measured using the DPPH free radical scavenging method, whereas the antimicrobial activity was assessed using the disc diffusion method. The results reveal that this plant is particularly abundant in essential oil, with a yield of 2%. The GC-MS tests revealed that limonene is the predominant compound, accounting for 69% of the content, followed by terpinene. The essential oil exhibited significant antioxidant activity, with an IC₅₀ value of 15.88mg/ml, while that of ascorbic acid was equal to an IC₅₀ value of 14.42 mg/ml. Concerning the antibacterial activity, the essential oil exhibited significant inhibition against E. coli, with an inhibition diameter of 14 mm at a dose of 60 µg/ml. These findings suggest that the essential oil of Citrus sinensis is a promising source of bioactive compounds that could play a significant role in therapeutic applications. Due to its antioxidant and antimicrobial properties, this essential oil could be utilized in various fields, including cosmetics, pharmacology, and food preservation.

Keywords: *Citrus sinensis*, essential oils, antioxidant activity, antibacterial activity, DPPH, GC/MS.

Résumé

Citrus sinensis, appartenant à la famille des Rutacées, est reconnu pour ses propriétés médicinales et aromatiques, principalement en raison des huiles essentielles présentes dans ses divers composants. L'objectif de notre étude est d'extraire l'huile essentielle de Citrus sinensis à partir des écorces d'orange douce en utilisant diverses méthodes d'extraction et d'évaluer son activité antioxydante et antimicrobienne.

L'identification des composés chimiques a été réalisée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS). L'activité antioxydante a été mesurée par la méthode de piégeage des radicaux libres DPPH, tandis que l'activité antimicrobienne a été évaluée par la méthode de diffusion sur disque.

Les résultats révèlent que cette plante est particulièrement riche en huile essentielle, avec un rendement de 2%. Les analyses par GC-MS ont montré que le limonène est le composé prédominant, représentant 69% de la composition, suivi par le terpinène. L'huile essentielle a démontré une activité antioxydante significative, avec une valeur IC₅₀ [15.88mg/ml], tandis que celle de l'acide ascorbique égale à IC₅₀ [14.42 mg/ml]. Quant à l'activité antibactérienne, l'huile essentielle a montré une inhibition notable contre E. coli, avec un diamètre d'inhibition supérieur à 14 mm pour une concentration de 60 µg/ml.

Ces résultats suggèrent que l'huile essentielle de Citrus sinensis est une source prometteuse de composés bioactifs qui pourraient jouer un rôle important dans les applications thérapeutiques. En raison de ses propriétés antioxydantes et antimicrobiennes, cette huile essentielle pourrait être exploitée dans divers domaines, notamment en cosmétique, en pharmacologie, et dans la conservation des aliments.

Mots clés : Citrus sinensis, huiles essentielles, activité antioxydante, activité anti bactérienne, DPPH, CPG/MS ,

ملخص

الحمضيات الصينية معروفة بخصائصها الطبية والعطرية، ويرجع ذلك أساسًا إلى الزيوت الأساسية الموجودة في مكوناتها المختلفة. الهدف من دراستنا هو استخلاص زيت الحمضيات الصيني العطري من قشور البرتقال الحلو باستخدام طرق استخلاص مختلفة وتقييم نشاطه المضاد للأكسدة والمضاد للميكروبات.

تم تحديد المركبات الكيميائية عن طريق تحليل كروماتوجرافيا الغاز إلى جانب قياس الطيف الكتلي. تم قياس نشاط مضادات الأكسدة بواسطة طريقة مسح الجذور الحرة في حين تم تقييم النشاط المضاد للميكروبات بواسطة طريقة انتشار القرص.

وأظهرت النتائج أن هذا النبات غني بشكل خاص بالزيت العطري، حيث يبلغ عائدته 2%. أظهرت تحليلات كروماتوجرافيا الغاز إلى جانب قياس الطيف الكتلي أن الليمونين هو المركب السائد، حيث يمثل 69% من التركيبة، يليه التربينين. أظهر الزيت العطري نشاطًا كبيرًا مضادًا للأكسدة، بقيمة IC50 [15.88 ملغم/مل]، في حين أن حمض الأسكوربيك يساوي IC50 [14.42 ملغم/مل]. أما بالنسبة للنشاط المضاد للبكتيريا، فقد أظهر الزيت العطري تثبيطًا ملحوظًا ضد الإشريكية القولونية، بقطر تثبيط أكبر من 14 ملم لتركيز 60 ميكروغرام/مل.

تشير هذه النتائج إلى أن زيت الحمضيات الصيني الأساسي يعد مصدرًا واعدًا للمركبات النشطة بيولوجيًا التي يمكن أن تلعب دورًا مهمًا في التطبيقات العلاجية. نظرًا لخصائصه المضادة للأكسدة والمضادة للميكروبات، يمكن استغلال هذا الزيت العطري في مجالات مختلفة، لا سيما في مستحضرات التجميل والصيدلة وحفظ الأغذية.

الكلمات المفتاحية: الحمضيات الصينية، زيوت العطرية، نشاط مضاد للأكسدة، نشاط مضاد للجراثيم.