الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur etde la Recherche Scientifique
Université 20 Août 1955 - SKIKDA -
Faculté des Sciences كلية العلوم
Dpartement D' Agronomie قسم علوم الفلاحة
Ref : D S AGRO/20262026 / ق ع ف /

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة 20 أوت 1955 - سكيكدة

Skikda le : .....

Autorisation de Dépôt de Mémoire de Master

Je soussigné(e) : **Boutata Fatima Zohra.** Président(e) de Jury

Certifie que L'étudiant(e) : BOUDJNAH Salssaabil

Spécialité : **Agroalimentaire et qualité des produits**

Intitulé : **Valorisation des pelures d'orange comme ingrédient fonctionnel dans la formulation de madeleines sans gluten : Impact sur quelques propriétés technologique et sensorielle.**

A apporté les corrections relatives à son travail de mémoire.

Directeur de mémoire	Président(e) de Jury

Scanné avec CamScanner

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement
Supérieur etde la Recherche Scientifique
Université 20 Août 1955 - SKIKDA -
Faculté des Sciences كلية العلوم
Dpartement D' Agronomie قسم علوم الفلاحة
Réf : / D S AGRO/20262026 / ق ع ف /

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
و ت 1955- سكيكدة

Skikda le : .....

Autorisation de Dépôt de Mémoire de Master

Je soussigné(e) : **Boutata Fatima Zohra.** Président(e) de Jury

Certifie que L'étudiant(e) : BELLACHIA Marwa

Spécialité : **Agroalimentaire et qualité des produits**

Intitulé : **Valorisation des pelures d'orange comme ingrédient fonctionnel dans la formulation de madeleines sans gluten : Impact sur quelques propriétés technologique et sensorielle.**

A apporté les corrections relatives à son travail de mémoire.

Directeur de mémoire	Président(e) de Jury

Scanné avec CamScanner

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement
Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université 20 Août 1955 - SKIKDA -
Faculté des Sciences كلية العلوم
Département D' Agronomie قسم علوم الفلاحة
Réf : / D S AGRO/20262026 / ق ع ف /

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة 20 أوت 1955 - سكيكدة

Skikda le : .....

Autorisation de Dépôt de Mémoire de Master

Je soussigné(e) : **Boutata Fatima Zohra.** Président(e) de Jury

Certifie que L'étudiant(e) : BOUKERMA Amira

Spécialité : **Agroalimentaire et qualité des produits**

Intitulé : **Valorisation des pelures d'orange comme ingrédient fonctionnel dans la formulation de madeleines sans gluten : Impact sur quelques propriétés technologique et sensorielle.**

A apporté les corrections relatives à son travail de mémoire.

Directeur de mémoire	Président(e) de Jury

Scanné avec CamScanner

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement
Supérieur etde la Recherche Scientifique
Université 20 Août 1955 - SKIKDA -
Faculté des Sciences كلية العلوم
Dpartement D' Agronomie قسم علوم الفلاحة
Réf : / D S AGRO/20262026 / ق ع ف /

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة 20 أوت 1955 - سكيكدة

Skikda le : .....

Autorisation de Dépôt de Mémoire de Master

Je soussigné(e) : **Boutata Fatima Zohra.** Président(e) de Jury

Certifie que L'étudiant(e) : BELAZARA Ikram

Spécialité : **Agroalimentaire et qualité des produits**

Intitulé : **Valorisation des pelures d'orange comme ingrédient fonctionnel dans la formulation de madeleines sans gluten : Impact sur quelques propriétés technologique et sensorielle.**

A apporté les corrections relatives à son travail de mémoire.

Directeur de mémoire	Président(e) de Jury

Scanné avec CamScanner

République Algérienne Démocratique Et Populaire

Ministère de l’ enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université 20 Aout 1955- Skikda

Faculté Des Sciences

Département Des Sciences Agronomiques

Mémoire De Fin D’ études En Vue De L’ obtention Du Diplôme De Master

Filière **: Sciences Alimentaires**

Spécialité **: Agroalimentaire et qualité des produits**

Valorisation Des Pelures d’ Orange Comme Ingrédient Fonctionnel Dans La Formulation De Madeleines Sans Gluten : Impact Sur Quelques Propriétés Technologiques Et Sensorielles.

Présenté par :

BOUDJNAH Salssaabil **BELAZARA Ikram**

BELLACHIA Marwa **BOUKERMA Amira**

Membres de jury :

Promoteur	**:**	**Dr. Leulmi Imene**	**MAA**
Président	**:**	**Dr. Bouttata. F**	**MCB**
Examinatrice	**:**	**Dr. Nakib L.**	**MAA**

Année universitaire : 2025 /2026

Remerciements

Avant tout, nous rendons grâce à Dieu Tout-Puissant de nous avoir accordé la santé, la force et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce travail.

L'aboutissement de ce projet de recherche est le fruit d'une collaboration intellectuelle et scientifique. À ce titre, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre encadrante, Mme **Leulmi Imene**, pour la confiance qu' elle nous a accordée, son encadrement rigoureux, sa disponibilité constante ainsi que ses précieux conseils, qui ont largement contribué à la réussite de ce mémoire.

Nous tenons enfin à exprimer notre haute considération aux honorables membres du jury qui ont accepté d' évaluer ce travail. Nous les remercions vivement pour l' intérêt qu' ils portent à cette étude ainsi que pour les remarques et suggestions constructives qu' ils apporteront en vue de son amélioration.

Nous adressons nos sincères remerciements aux docteurs **Chidouh Amina** et **Meziri Fayçal**, ainsi qu' à l' ingénieure de laboratoire Mme **Kasri Soumaya** de l' École National Supérieure d' Enseignement Technologique **d' Azzaba (ENSET)**. Leur soutien scientifique, leurs orientations avisées et leur contribution essentielle à la réalisation de la partie expérimentale nous ont permis de mener cette étude dans les meilleures conditions.

Nous tenons également à témoigner notre reconnaissance à Mme **Khazri Dounia**, responsable des laboratoires de notre département, ainsi qu' à l' ingénieure de laboratoire Mme **Azziza**, pour la qualité de leur accueil, leur réactivité et leur soutien technique lors du stage pratique réalisé au sein des laboratoires de notre université.

Notre gratitude s' adresse également à l' ensemble du corps professoral du filière Science alimentaire pour la rigueur de la formation dispensée et les précieuses connaissances scientifiques et techniques transmises tout au long de notre parcours universitaire.

A toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation et à la réussite de ce travail.

Dédicace

Dédicace Louange à Allah, le Très-Haut, pour Sa grâce infinie, pour la patience qu'Il m'a accordée dans les moments d'épreuve, pour Sa bienveillance, ainsi que pour la facilité et l'assistance qu'Il m'a prodiguées tout au long de ce parcours. Sans Sa miséricorde et Ses innombrables bienfaits, je n'aurais jamais pu mener à bien mes études ni achever ce travail. Je dédie ce mémoire : À celui qui a accompagné chacun des pas de ma vie et qui a été pour moi un second père par ses précieux conseils et ses prières, mon regretté grand-père, qui nous a quittés l'année dernière. Qu'Allah lui accorde Sa miséricorde et l'accueille dans Son vaste Paradis. À ma chère grand-mère, ma seconde mère, mon soutien indéfectible et une source inépuisable de tendresse, qui n'a cessé de m'accompagner de ses prières sincères tout au long de mon parcours. Une grande part de cette réussite lui revient. À mes très chers parents, en témoignage de ma profonde gratitude pour leur amour, leurs innombrables sacrifices, leur soutien inconditionnel, leurs encouragements constants et leur confiance inébranlable en moi tout au long de mon cursus. À mon unique sœur et compagne de route, pour son aide précieuse, sa confiance et ses encouragements tout au long de la réalisation de ce travail. À mon cher frère, source de motivation et de joie. À mon cher oncle Rabah, pour ses encouragements constants et son soutien indéfectible tout au long de mon parcours académique. À toutes mes tantes, pour leur affection, leur présence bienveillante, leur aide précieuse et leur soutien à chaque étape de ma vie. Une pensée toute particulière est adressée à mes collaboratrices de mémoire, Ikram, Marwa et Amira, qui ont fait preuve d'assiduité, d'esprit d'équipe et de persévérance tout au long de la réalisation de ce travail. Merci pour votre soutien, votre coopération et pour tous les précieux souvenirs que nous avons partagés malgré les difficultés rencontrées. À mes chères amies, Marwa, Lydia, Chaima et Ines, merci d'avoir toujours été présentes à mes côtés et de m'avoir soutenue dans les moments de doute et de découragement. Enfin, je dédie ce mémoire à tous mes collègues de la première promotion de la filière Agroalimentaire et Contrôle de Qualité (2022-2026), avec lesquels j'ai partagé de précieux souvenirs, des moments d'apprentissage et de persévérance qui resteront gravés dans ma mémoire.

selsabil

Dédicace

Je dédie ce modeste travail
Au meilleur des pères et à ma très chère mère qu'ils trouvent en moi la source de leur fierté qui ne cessent de me donner avec amour le nécessaire pour que je puisse arriver à ce que je suis aujourd'hui.
Que dieu les protège et que la réussite soit toujours à ma portée pour que je puisse vous combler de bonheur

À ma sœur Meriem
À toute ma famille Belazara
Et à toute mes amis et surtout Marwa salsabil et amira
À tous les gens qui me connaissent et que je connais .
À tous ceux qui me sont chers,aux personnes qui m'ont aidé et encouragé de près où de loin ,qui étaient toujours à mes côtés et qui m'ont accompagné durant mon chemin d' études.

IKRAM

Dédicace

Je dédie ce mémoire à mes chers parents qui ont été toujours à mes côtés et m'ont toujours soutenu tout on long BB ces longues années d' études.En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont consenti d' efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études.

À toute ma famille Bellachia

Et à toutes mes amis,

À tous les gens qui me connaissent et que je connais.

Et à tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas devant les obstacles de la vie

MARWA

Dédicace

vant tout, je remercie Dieu le Tout-Puissant de m'avoir donné la force, la patience et le courage d'accomplir ce travail. Je dédie ce modeste mémoire : À mes chers parents, la lumière de ma vie, pour leur amour inconditionnel, leurs prières quotidiennes et leurs sacrifices infinis. Que Dieu vous préserve et vous accorde une longue vie pleine de santé. À mes chers frères et sœurs : Latifa, Imen, Abdellatif et Amine. Vous êtes ma joie, mon soutien et ma fierté au quotidien. À mes adorables neveux : Iyad, Yazen et Kossai, les rayons de soleil de notre famille. À mes chères cousines : Marwa, Rania, Amani, ghouzlane et Roukaya, pour leur présence et leur affection. À mes tendres tantes : Nacira et Zoulaikha, pour leur bienveillance et leur grand cœur. À mes chers oncles : Aissam et Mohammed, qui ont toujours été là pour m'encourager. À mes fidèles amies : Wissal, Nehla, Lina et Zehra. Merci pour les beaux moments partagés, votre soutien précieux et votre amitié sincère. Aux grandes familles BOUKERMA et BARRAJHAL. À tous mes collègues de la promotion d'Agroalimentaire et qualité des produits (2021-2026), pour les années partagées, l'entraide et les moments inoubliables. À tous ceux qui me sont chers et qui ont cru en moi de près ou de loin.

Amira

Résumé

La présente étude s' inscrit dans le cadre de la valorisation des sous-produits agroalimentaires, et vise plus particulièrement à évaluer le potentiel de la poudre de pelure d' orange en tant qu' ingrédient fonctionnel et nutritionnel dans la formulation des madeleines sans gluten. Dans un premier temps, une caractérisation physico-chimique, biochimique et techno-fonctionnelle a révélé une poudre stable avec un pH de 4,65, une humidité de 9% et une teneur en cendres de 2,5%. Sur le plan biochimique, la poudre de pelures d' orange se distingue par sa richesse en pectine (14%) et en fibres (7,4g/100g), ainsi que par des teneurs significatives en sucre totaux (480mg/g MS) et en sucres réducteurs (100,5mg/g MS). Elle affiche également un profil bioactif remarquable, avec une teneur en polyphénols totaux de 25 mg/g MS en flavonoïdes de 16mgEQ/g MS et une activité antioxydante élevée de 81%. De plus, la poudre d' écorce d' orange possède d' excellentes propriétés techno-fonctionnelles, notamment une capacité de rétention d' eau de 0,425, une capacité de rétention d' huile de 0,53 et une capacité émulsifiante de 57%. Dans un second temps, des madeleines sans gluten enrichies à 10%,15% et 20% de poudre de pelure d' orange ont été élaborées et évaluées. Les résultats ont montré que l' incorporation de la poudre influence significativement les caractéristiques sensorielles des madeleines. La formulation F15 s' est distinguée par la meilleure acceptabilité globale (7,467±0,288) et la plus forte intention d' achat (7,333±0,373). Ces résultats mettent en évidence le potentiel de la poudre de pelures d' orange comme ingrédient fonctionnel prometteur pour de développement des madeleines sans gluten à haute valeur nutritionnelle. Sa valorisation représente une alternative prometteuse pour le développement de produits à forte valeur ajoutée, tout en s' inscrivant dans une démarche de durabilité et d' économie circulaire.

Résumé

Mots clés : pelures d’ orange, valorisation, poudre de pelures d’ orange, madeleine sans gluten, activité anti oxydante, Analyse sensorielle.

Abstract

This study is part of the valorization of agri-food by-products, and aims more specifically to assess the potential of orange peel powder as a functional and nutritional ingredient in the gluten-free madeleine formulation. First, a physicochemical, biochemical and techno-functional characterization revealed a stable powder with a pH of 4.65, a humidity of 9% and an ash content of 2.5%.Biochemically, orange peel powder is distinguished by its richness in pectin (14%) and fiber (7.4g/100g), as well as significant levels of total sugar (480mg/g DM) and reducing sugars (100.5mg/g DM). It also has a remarkable bioactive profile, with a total polyphenols content of 25mg/g MS in flavonoids of 16mgEQ/g MS and a high antioxidant activity of 81%. In addition, orange peel powder has excellent techno-functional properties, including a water retention capacity of 0.425, an oil retention capacity of 0.53, and an emulsifying capacity of 57%.In a second step, gluten-free madeleines enriched with 10%, 15% and 20% orange peel powder were developed and evaluated. The results showed that the incorporation of powder significantly influences the sensory characteristics of madeleines. The F15 formulation was distinguished by the best overall acceptability (7.467±0.288) and the highest purchase intent (7.333±0.373). These results highlight the potential of orange peel powder as a promising functional ingredient for developing gluten-free madeleines with high nutritional value. Its valorization represents a promising alternative for the development of high value-added products, while being part of an approach of sustainability and circular economy.

Keywords: Orange peel, valorization, orange peel powder, gluten-free madeleine, antioxidant activity, sensory analysis.

الملخص

تعد هذه الدراسة جزءًا من تثمين المنتجات الثانوية للأغذية الزراعية، وتهدف بشكل أكثر تحديدًا إلى تقييم إمكانات مسحوق قشر البرتقال كمكون وظيفي وغذائي في تركيبة المادلين الخالية من الغلوتين. أولاً، كشف التوصيف الفيزيائي والكيميائي الحيوي والتكنو-وظيفي عن مسحوق مستقر بدرجة حموضة pH(4.65 ورطوبة 9% ومحتوى رماد 2.5%. من الناحية الكيميائية الحيوية، يتميز مسحوق قشر البرتقال بثرائه بالبكتين (14%) والألياف (7.4 جم/100 جم)، بالإضافة إلى مستويات كبيرة من السكر الكلي (480 مجم/جم DM(والسكريات المختزلة (100.5 مجم/جم DM()). كما أنه يتمتع بملف حيوي نشط ملحوظ، حيث يبلغ محتوى البوليفينول الإجمالي25 مجم/جم MS ومحتوى الفلافونويدات 16 مجم مكافئ/جم MS ونشاط مضاد للأكسدة عالي بنسبة 81%. بالإضافة إلى ذلك، يتمتع مسحوق قشر البرتقال بخصائص تقنية وظيفية ممتازة، بما في ذلك قدرة احتباس الماء بنسبة 0.425، وقدرة احتباس الزيت بنسبة 0.53، وقدرة الاستحلاب بنسبة 57%. وفي الخطوة الثانية، تم تطوير وتقييم المادلين الخالية من الغلوتين المخصبة بمسحوق قشر البرتقال بنسبة 10% و15% و20%.وأظهرت النتائج أن إضافة المسحوق يؤثر بشكل كبير على الخصائص الحسية للمادلين. تميزت تركيبة F15 بأفضل قبول إجمالي (7.467±0.288) وأعلى نية شراء (7.333±0.373). تسلط هذه النتائج الضوء على إمكانات مسحوق قشر البرتقال كمكون وظيفي واعد لتطوير مادلين خالية من الغلوتين ذات قيمة غذائية عالية. ويمثل تثمينها بديلاً واعداً لتطوير المنتجات ذات القيمة المضافة العالية، في حين تشكل جزءاً من نهج الاستدامة والاقتصاد الدائري.

الكلمات المفتاحية :

.قشر البرتقال، التثمين، مسحوق قشر البرتقال، مادلين خالٍ من الغلوتين، النشاط المضاد للأكسدة، التحليل الحسي

Sommair

Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
Introduction générale	1
Chapitre I : Valorisation des sous-produits agroalimentaires	
I.1. Les sous-produits agroalimentaires : enjeux et cadre conceptuel	4
I.2. Définitions des concepts fondamentaux	4
I.2.1. Déchets	4
I.2.2. Bio déchets	4
I.2.3. Sous-produits	4
I.2.4. Recyclage	**5**
I.3. Valorisation des déchets agroalimentaires	**5**
I.4. Valorisation des sous-produits issus de l' industrie des fruits et légumes	6
Chapitre II : L' orange et ses coproduits agro-industriels	
II.1. Définition	7
II.2. La composition de l' orange	7
II. 3. Structure	8
II.4. Production et Transformation des agrumes en Algérie	9
II.5. Transformation de l' orange et valorisation des sous-produits	9

Sommaire

II.5.1. Les principaux procédés de transformation	10
II.6. Les sous-produits de transformation de l' orange	10
II.6.1. Les pulpes d'orange	11
II.6.1.1. Caractéristique des pulpes	11
II.6.2. Les écorces d'orange	12
II.6.2. 1. Définitions	12
II.6.2.2. Composition chimique des écorces d'orange	12
II.6.2.2.1. Les polyphénols	12
II.6.2.2.2. Les fibres alimentaires	12
II.6.2.2.3. Les pectines	13
II.7. Valorisation intégrée des pelures d' orange	14
II.8. Incorporation des pelures d' orange en formulation sans gluten	15
Chapitre III : Produits sans gluten	
III.1. Définition du gluten	17
III.2. Maladie cœliaque et les troubles liés au gluten	17
III.2.1. Maladie cœliaque	17

Sommaire

III.2.2. Allergie au blé	18
III.2.3. Autres troubles liés au gluten	18
III.3. Défis nutritionnels et technologiques des produits sans gluten	18
III.4. Définition de biscuit	19
III.4.1. Classification des biscuits	19
III.5. Madeleines	20
III.5.1. Origine historique de la madeleine de Commercy	20
III.5.2. Ingrédients et son rôle	20
III.5.2.1 Sel	20
III.5.2.2 Sucre, matières grasses et produits de boulangerie fine	21
III.5.2.3. L'œuf	22
III.5.2.4. Levains chimiques	22
III.5.2.5. Farine de riz	22
III.5.2.6. Farine de maïs	23
Matériel et Méthodes	
IV.1. Préparation de la poudre des pelures d' orange	25
IV.2. Détermination de la composition biochimique de la poudre	27

Sommaire

IV.2.1. Potentiel d' hydrogène (pH)	27
IV.2.2 Détermination de la teneur en eau (humidité)	27
IV.2.3. Détermination de la teneur en cendres	28
IV.2.4. Détermination de la teneur en sucres totaux (ST)	29
IV.2.5. Détermination de la teneur en sucres réducteurs	32
IV.2.6. Détermination de la teneur en fibres	33
IV.2.7. Détermination de la teneur en pectine	34
IV.3. Détermination des propriétés techno-fonctionnelles de la poudre de pelures d' orange **IV.3.1 Détermination de la capacité de rétention d' eau**	35
IV.3.2 Capacité de rétention d'huile	36
IV.3.3. Capacité de gonflement	36
IV.3.4 Capacité émulsifiante	37
IV.4. Détermination des propriétés antioxydants	38
IV.4.1 Extraction des composés phénoliques	38
V.4.2. Dosage des polyphénols totaux	39
IV.4.3. Dosage des flavonoïdes totaux	39

Sommaire

IV.4.4. Détermination de l' activité antioxydante	40
IV.5. Analyse de la couleur de la poudre de pelures d' orange	41
IV.6. Préparation Des Madeleines sans gluten enrichies en poudre de pelures d' orange	41
IV.6.1. Matière première de l' étude	41
IV.6.2. Formulation des madeleines sans gluten	43
IV.6.3. Préparation des madeleines	43
IV.7. Évaluation de la qualité des madeleines	44
IV.7.1. Mesure du pH	44
IV.7.2. Détermination de la teneur en humidité des madeleines	45
IV.7.3. Détermination de la teneur en cendres	46
IV.7.4. Volume spécifique	47
IV.8. Analyse sensorielle (test hédonique)	47
IV.8.1. Constitution du jury de dégustation	47
IV.8.2. Déroulement du test sensoriel	48
IV.9. Analyse statistique	48
Résultats et Discussion	

Sommaire

1. Caractéristiques physicochimiques de la poudre de pelures d`orange	50
V.1.1. PH	50
V.1.2. Humidité	51
V.1.3. Taux de cendres	51
V.1.4. Sucres totaux	52
V.1.5. Sucres réducteurs	53
V.1.6. Pectine **V.1.7. Fibres**	54
V.2. Composés phénoliques et propriétés antioxydants	55
V.2.1. Polyphénols totaux	56
V.2.2. Taux de flavonoïdes	57
V.2.3. Activité antioxydante (Pourcentage de piégeage DPPH)	58
V.3. Caractéristiques techno-fonctionnelles	59
V.3.1. La capacité de rétention d' eau (CRE)	60
V.3.2. La capacité de rétention d' huile (CRH)	61
V.3.3. La capacité émulsifiante	62
V.3.4. La capacité de gonflement	62
V.4. Détermination des caractéristiques chromatiques de la poudre	63
V.5. Caractéristiques des madeleines sans gluten enrichis en poudre de	65

Sommaire

pelures d' orange	
V.5.1 Le PH	65
V.5.2 Taux d' humidité	66
V.5.3 Le taux de cendres	67
V.5.4 Le volume spécifique	68
V.6. Résultats de l' analyse sensorielle des madeleines (Test hédonique)	69
V.6.1. Couleur	71
V.6.2. La note d' orange	71
V.6.3. Intensité des arômes	72
V.6.4. L' intensité de gout	72
V.6.5. L' arrière-gout	73
V.6.6. Équilibre sucre/amère	73
V.6.7. Aération	74
V.6.8. L' acceptabilité globale	75
V.6.9. L' intensité d'achat	75
Conclusion générale	77
Les références bibliographiques	79
Annexes	86

Liste des figures

Liste des figures

Figure 1:La composition d'orange (Encyclopédie visuelle des aliments, QA International)	13
Figure 2: Étapes de préparation de la poudre de des pelures d'orange	26
Figure 3:Mesure du PH avec le PH mètre	27
Figure 4:Poudre de pelures d'orange après séchage dans l'étuve	28
Figure 5: Illustration du mode opératoire de la détermination de la teneur en cendres	29
Figure 6:Etapes de préparation de la courbe d'étalonnage des sucres totaux selon la méthode de Dubois *et al*.(1956) .	32
Figure 7:Illustration des étapes de la détermination de la teneur en pectines	35
Figure 8:Précipité obtenu après centrifugation pour mesurer la CRH	36
Figure 9:Mesure de la hauteur de la couche d'émulsion après centrifugation	38
Figure 10:Farine de riz utilisée	42
Figure 11:Farine de maïs utilisée	42
Figure 12:Photos de produit finis de madeleine	44

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau 1:Tableau des principaux composés de l'oronge	**8**
Tableau 2: Évolution de la production agrumicole en quintaux en Algérie (données rapports de l'ONS)	**9**
Tableau 3:Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres totaux (ST)	**31**
Tableau 4:Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres réducteurs (redessiner le tableau)	**33**
Tableau 5:Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de pelures d'oronge	**50**
Tableau 6:Teneure en polyphénols totaux, en flavonoïdes totaux et activité antioxydants (DPPH) de la poudre de pelures d'orange	**56**
Tableau 7:Les caractéristiques technos fonctionnelles de la poudre d'écorce d'orange	**60**
Tableau 8:Paramétres colorimétrique de la poudre d'orange	**63**
Tableau 9:Caractéristiques physicochimiques des différentes formulations de madeleines	**65**
Tableau 10:Résultats de l'analyse sensorielle des différentes formulations des madeleines	**70**

Liste des abréviations

Liste des abréviations

FAO: Food and Agriculture Organization
ADEME : Agence de la transition écologique
VNR : Valeurs Nutritionnelles de Référence
ONS : Office National des Statistiques
MS : Matière sèche
PH : potentiel d' hydrogène
AOAC: Association of Official Analytical Chemists
DNS : Acide 3 ,5 – dinitrosalicylique
Na OH : Formule chimique de l' hydroxyde de sodium
DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl
UV : Rayonnements ultra-violet
ABTS : Acide 2,2-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)
Abs : L' absorbance de lumière par l' échantillon
MP : Matière première
PPO : Poudre de pelures d' orange
AFNOR : Association française de normalisation
ANSES : Agence nationale de sécurité sanitaire
F0 : formule de madeleine sans incorporation de la poudre de pelures d' orange (témoin)
F10 : formule de madeleine avec 10 % de la poudre de pelures d' orange
F15 : formule de madeleine avec 15% de la poudre de pelures d' orange
F20 : formule de madeleine avec 20% de la poudre de pelures d' orange

Liste des abréviations

Introduction générale

Introduction générale

Les agrumes constituent l' une des cultures fruitières les plus importantes à l' échelle mondiale, avec une production annuelle dépassant 140 millions de tonnes **(FAO, 2024).** En Algérie, cette filière occupe une place stratégique dans le secteur agricole, avec une production nationale ayant atteint plus de 18 millions de quintaux au cours de la campagne 2023– 2024 contre 16 millions de quintaux lors de la saison précédente **(MADR, 2024).** Cette progression s' accompagne d' une extension continue des superficies cultivées, qui dépassent actuellement 80 000 hectares. Parmi les différentes espèces cultivées, l' orange (Citrus sinensis) demeure l' agrume dominant et représente près de 67,77 % de la superficie agrumicole nationale **(CNIF, 2024).**

Une part importante de la production d' oranges est destinée à l' industrie de transformation, notamment à la fabrication de jus. Toutefois, ces procédés génèrent d' importantes quantités de sous-produits constitués principalement de pelures, de pulpe résiduelle et de graines, représentant jusqu' à 50– 60 % du poids total du fruit. L' accumulation de ces résidus peut engendrer des contraintes environnementales et économiques liées à leur gestion, leur stockage et leur élimination. Cette situation a suscité un intérêt croissant pour leur valorisation dans différents secteurs industriels, notamment l' agroalimentaire et la biotechnologie **(Braddock, 1999 ; Suri *et al.* 2022)**. Face à cette problématique, la valorisation des coproduits agroalimentaires suscite un intérêt croissant dans le cadre des stratégies de développement durable et d' économie circulaire. Selon **Lagha Benamrouche** et al. (2018), ces sous-produits peuvent être exploités comme ingrédients alimentaires à haute valeur ajoutée plutôt que d' être considérés comme de simples déchets.

Parmi les agrumes, l' orange est particulièrement appréciée pour ses qualités organoleptiques, sa valeur nutritionnelle et sa richesse en composés bioactifs. Plus de 170 composés phytochimiques y ont été identifiés, notamment

des polyphénols, des flavonoïdes, des caroténoïdes et des huiles essentielles aux propriétés biologiques reconnues **(Jawad et Langrish, 2012)**.

Les pelures d' orange constituent une source importante de fibres alimentaires, de pectines et de composés bioactifs, conférant à ces sous-produits un intérêt croissant en tant qu' ingrédients fonctionnels pour les formulations alimentaires. Leur incorporation dans les produits agroalimentaires peut contribuer à l' amélioration des propriétés technologiques, nutritionnelles et fonctionnelles des aliments. Par ailleurs, leur valorisation s' inscrit dans une démarche de développement durable et d' économie circulaire, permettant à la fois de réduire les quantités de déchets générés par l' industrie de transformation des agrumes et de développer de nouveaux ingrédients à forte valeur ajoutée destinés à l' alimentation humaine (**Cirrincione *et al.*, 2024 ; Gervasi & Mandalari, 2024 ; Ortiz-Sanchez *et al.*, 2024**).

Parallèlement, la demande pour les produits sans gluten connaît une croissance continue, notamment chez les personnes atteintes de maladie cœliaque ou présentant une sensibilité au gluten. Toutefois, les produits sans gluten disponibles sur le marché présentent souvent certaines limites nutritionnelles et technologiques. Ils sont généralement pauvres en fibres alimentaires et en composés antioxydants, tout en affichant parfois une texture moins satisfaisante et une qualité sensorielle inférieure à celle des produits conventionnels. Dans ce contexte, l' enrichissement de ces produits par des ingrédients fonctionnels d' origine végétale constitue une stratégie prometteuse pour améliorer simultanément leur qualité nutritionnelle, leurs propriétés technologiques et leur acceptabilité sensorielle.

Parmi les différentes applications envisageables, Les madeleines constituent l'un des produits de pâtisserie les plus appréciés des consommateurs. Cependant,

leur adaptation aux formulations sans gluten reste complexe en raison de l'absence du réseau glutineux responsable de la structure, de l'aération et de la texture du produit. L'incorporation d'ingrédients riches en fibres et en hydrocolloïdes naturels, tels que la poudre de pelures d'orange, pourrait contribuer à compenser ces limitations technologiques **(Ortiz-Sanchez *et al.* 2024)**.

- ✓ **Problématique**

Malgré les nombreuses études consacrées à la valorisation des coproduits issus des agrumes, l' utilisation de la poudre de pelures d' orange dans la formulation de madeleines sans gluten demeure encore inexplorée. Dès lors, il apparaît pertinent de s' interroger sur le potentiel de cet ingrédient fonctionnel dans l' amélioration de la qualité des produits de pâtisserie sans gluten. La question centrale de cette étude est donc la suivante :

Dans quelle mesure l' incorporation de poudre de pelures d' orange dans des madeleines sans gluten permet-elle d' améliorer leurs propriétés physicochimiques, nutritionnelles, technologiques et sensorielles tout en contribuant à la valorisation des sous-produits de l' industrie agrumicole ?

- ✓ **Hypothèse de recherche**

Nous émettons l' hypothèse que l' incorporation de poudre de pelures d' orange dans des madeleines sans gluten améliore leur qualité nutritionnelle grâce à son apport en fibres et en composés antioxydants, tout en influençant favorablement certaines propriétés technologiques et sensorielles du produit. Toutefois, l' effet observé dépendrait du taux d' incorporation utilisé, au-delà duquel les caractéristiques organoleptiques pourraient être altérées.

- ✓ **Objectif du travail**

L' objectif principal de ce travail est de valoriser les pelures d' orange en les transformant en poudre fonctionnelle destinée à l' enrichissement de madeleines

sans gluten, afin d' améliorer leurs propriétés nutritionnelles, technologiques et sensorielles tout en contribuant à la réduction des déchets agroalimentaires.

Pour atteindre cet objectif, les étapes suivantes ont été réalisées :

- Préparer une poudre de pelures d' orange à partir de fruits frais ;
- Caractériser les propriétés physicochimiques, antioxydantes et techno-fonctionnelles de la poudre obtenue ;
- Formuler des madeleines sans gluten enrichies par différents taux de poudre de pelures d' orange (0 %, 10 %, 15 % et 20 %) ;
- Étudier l' effet de l' incorporation de cette poudre sur les caractéristiques physicochimiques et technologiques des madeleines ;
- Évaluer l' impact de l' enrichissement sur les propriétés sensorielles et l' acceptabilité des produits.

Chapitre I

Valorisation des sous-produits agroalimentaires

I.1. Les sous-produits agroalimentaires : enjeux et cadre conceptuel

Les sous-produits agro-industriels sont définis comme des substances issues d' un procédé de fabrication dont l' objectif principal n' est pas leur production **(Alves de Oliveira *et al,* 2003)**. Bien qu' ils ne constituent pas le produit final recherché, ces résidus présentent un potentiel de valorisation significatif.

À l' échelle mondiale, le secteur agroalimentaire génère d' importants volumes de résidus organiques. Leur revalorisation permet de réduire les impacts environnementaux liés à leur élimination et de transformer ces déchets en ressources à valeur ajoutée. Selon la FAO, environ 1,3 milliard de tonnes de denrées alimentaires sont perdues ou gaspillées chaque année, soit près d' un tiers de la production mondiale destinée à l' alimentation humaine **(Gustavsson et *al.,* 2011).** Par ailleurs, environ 39 % des pertes alimentaires surviennent au niveau de la transformation industrielle **(Ahmad&Khan, 2019).**

Dans ce contexte, une synergie s' établit entre les différents acteurs : d' une part, les éleveurs intègrent ces sous-produits dans l' alimentation animale afin de réduire les coûts de production ; d' autre part, les industries agroalimentaires cherchent à optimiser l' exploitation de leurs matières premières en valorisant l' ensemble des coproduits générés, tout en diminuant les coûts associés au traitement des effluents. Cette complémentarité contribue ainsi à répondre à des enjeux économiques, environnementaux et nutritionnels.

I.2. Définitions des concepts fondamentaux :

I.2.1. Déchets

La directive 2008/98/CE du Parlement européen définit le déchet comme toute substance ou tout objet que son détenteur rejette, envisage de rejeter ou est contraint de rejeter.

I.2.2. Bio déchets

Ils correspondent aux déchets non dangereux, biodégradables, de jardin, de cuisine ou d' origine alimentaire, provenant des ménages, des restaurants, des commerces ou des industries agroalimentaires (Code de l' environnement, articles R. 541-7 et R. 541-8 (France).

I.2.3. Sous-produits

Une substance ou un objet résultant d' un processus de production dont l' objectif initial n' est pas sa propre génération. Pour qu' une telle substance ou un tel objet soit juridiquement qualifié de sous-produit plutôt que de déchet au sens de l' article 3, quatre critères doivent être simultanément satisfaits : d' une part, son utilisation ultérieure doit être certaine ; d' autre part, cette utilisation doit être possible directement, sans recours à un traitement supplémentaire au-delà des pratiques industrielles courantes. En outre, la substance ou l' objet doit être produit en tant que composante intégrante du processus de production. Enfin, son utilisation future doit être légale, c' est-à-dire qu' elle doit respecter l' ensemble des prescriptions applicables en matière de qualité du produit, de protection de l' environnement et de préservation de la santé humaine pour l' usage spécifique envisagé, et ne doit générer aucun effet global nocif sur l' environnement ni sur la santé humaine. **(Directive 2008/98/CE, cité par Grigoraş, 2012)**.

I.2.4. Recyclage

Le recyclage peut être défini comme toute opération de valorisation consistant à transformer des déchets en nouveaux produits, matériaux ou substances, destinés soit à remplir leur fonction initiale, soit à être réutilisés pour d' autres usages. Ce processus inclut notamment le traitement des matières organiques, mais exclut explicitement la valorisation énergétique, ainsi que toute conversion en combustible ou en matériau de remblayage.

I.3. Valorisation des déchets agroalimentaires

La valorisation des déchets, telle que définie par **(Ramade, 2008)**, correspond à une démarche visant à réduire les flux destinés à l' élimination en transformant les résidus en produits à valeur économique et sociale. Dans le cas des déchets alimentaires et des sous-produits agro-industriels, cette transformation repose largement sur des procédés chimiques et biotechnologiques **(Chandrasekaran, 2013)**. Cette conception est en cohérence avec celle de l' ADEME, qui considère la valorisation comme toute opération de réemploi, de recyclage ou de production de matériaux ou d' énergie à partir de déchets, ainsi qu' avec le cadre réglementaire algérien (**loi n° 01-19 du 12 décembre 2001**), qui intègre ces différentes voies de réutilisation.

Dans cette perspective, la valorisation s' inscrit comme un levier central de l' écologie industrielle, laquelle vise à optimiser les flux de matière et d' énergie tout en conciliant performance économique et réduction des impacts environnementaux. En assurant la transition d' un modèle linéaire vers une économie circulaire, l' écologie industrielle repose sur des outils analytiques tels que le métabolisme industriel et l' analyse du cycle de vie ***(*Erkman, 2013*)***, et sur des stratégies opérationnelles de mutualisation et de synergie entre acteurs économiques ***(*ADEME, 2013 ; Abrika Belaid, 2015*)***.

Appliquée au secteur agroalimentaire, cette approche confère une nouvelle fonction aux sous-produits issus de la transformation des aliments, en les intégrant dans des chaînes de valorisation créatrices de valeur. Elle génère ainsi des bénéfices multidimensionnels : économiques, à travers la réduction des coûts de traitement et d' approvisionnement ; environnementaux, via la diminution de la pression sur les ressources et des émissions polluantes ***(*ADEME, 2017*)*** ; et sociaux, en favorisant l' innovation, la compétitivité et la création d' emplois ***(*Abrika Belaid, 2015*)***.

Ainsi, la valorisation des sous-produits de l' industrie agroalimentaire ne constitue pas seulement une solution de gestion des déchets, mais s' impose comme une stratégie structurante au cœur de l' écologie industrielle, transformant les résidus en ressources et inscrivant les systèmes de production dans une logique durable et circulaire

I.4. Valorisation des sous-produits issus de l' industrie des fruits et légumes

La transformation industrielle des fruits et des légumes produit de grandes quantités de sous-produits tels que le marc, les pelures, les graines et les tourteaux. Ces sous-produits issus des industries agro-alimentaires et leur quantité diffèrent les uns des autres, selon le type de produit fabriqué et la technique de production utilisée ***(*Anal, 2018*)***.

Les rejets issus de l' industrie agroalimentaire, qu' ils relèvent de la catégorie des déchets ou des sous-produits, sont générés à l' ensemble des maillons de la chaîne de vie des denrées alimentaires, depuis la production primaire jusqu' à la transformation industrielle et la distribution. Il est estimé qu' environ 39 % des pertes alimentaires surviennent au niveau du secteur de transformation, une proportion susceptible de s' accentuer en l' absence de stratégies efficaces de prévention et de valorisation ***(*Ahmad&Khan, 2019*)***. À l' échelle mondiale, les données de la FAO indiquent qu' environ 1,3 milliard de tonnes de denrées alimentaires sont perdues ou gaspillées chaque année, ce qui correspond à près d' un tiers de la production totale destinée à l' alimentation humaine **(Gustavsson *et al.* 2011).**

Chapitre II

L’ orange et ses coproduits agro-industriels

II.1. Définition

L' orange, fruit de l' oranger originaire de Chine et cultivé depuis plus de 4 000 ans en Asie, tire son nom de l' arabe narandj (issu du *Sanscrit nagarunga*). Introduite en Perse, en Égypte, en Espagne et en Afrique du Nord par les Arabes, elle est devenue un produit majeur du commerce mondial. On distingue deux catégories principales : l' orange amère (*Citrus aurantium*), ancêtre des oranges douces, au fruit plus petit, à peau épaisse et rugueuse, à chair peu juteuse et très amère ; et l' orange douce (*Citrus sinensis*), juteuse, sucrée et acidulée, originaire de Chine ou d' Indochine, introduite en Europe au XVe siècle par les Arabes puis en Amérique par les Espagnols. L' oranger peut atteindre 8 à 13 mètres de haut ; ses fleurs odorantes symbolisent la virginité et le mariage dans plusieurs pays méditerranéens (**Encyclopédie des aliments)**

II.2. La Composition de l' orange

L' orange apporte en moyenne 45,50 kcal pour 100 g soit 192 kJ. Elle est caractérisée par sa richesse en vitamine C qui contribue notamment à maintenir le fonctionnement normal du système immunitaire pendant et après un exercice physique intense et à réduire la fatigue. L' orange contient également une quantité notable de vitamine B9 (13 % des VNR). Quant à l' apport des minéraux et oligoéléments, le potassium (9 % des VNR) et le calcium (8 % des VNR) sont les plus représentés. Enfin, l' orange contient des polyphénols (substances à effet antioxydant) dont 92% de flavonoïdes. Les principaux composés de l' orange sont résumés dans le tableau **(CIQUAL)**

Tableau1:Tableau des principaux composés de l'orange

	Composants								
Mode de préparation	Fibres (g pour 100g)	Sucres (g pour 100g)	Apports énergétiques Kcal pour 100g)						
Cru	2 ,20	7 ,90	47,10						
	Vitamines (%) des valeurs Nutritionnelles Recommandées (VNR))								
	C	A	B1	B2	B3	B5	B6	B9	E
	59,40	<0,83	4,10	<0,01	2,30	2,70	<0,01	13,00	1, 60
	Minéraux (mg pour 100g)								
	Potassiums	phosphore	Sodium	Fer	Calcium	Magnésium			
	180,00	38,00	< 5	0,57	66,00	15,00			

II.3. Structure

La structure de l' écorce des agrumes cultivés est globalement similaire. L' écorce, partie non comestible, est peu développée chez les oranges, mandarines et clémentines, mais constitue la majeure partie du fruit chez les cédrats et le pamplemousse. La pulpe comestible est formée de vésicules à jus regroupées en quartiers (de 5 à 18). L' observation en coupe transversale révèle trois structures distinctes : l' épicarpe (flavedo), couche résistante, rugueuse et colorée contenant des glandes oléifères à huiles essentielles ; le mésocarpe (albédo), couche épaisse et spongieuse ; l' endocarpe, enveloppe radiale interne. La pulpe, riche en sucres solubles, contient de la vitamine C, de la pectine, des acides organiques et des sels de potassium, responsables de l' acidité du fruit **(Spiegel-Roy et Goldschmidt, 1996 ; Mohammed Sehir et Ouddai, 2019).**

II.4. Production et Transformation des agrumes en Algérie

En Algérie, la culture des agrumes occupe une place importante. Pour la saison 2022/2023, la superficie totale des vergers atteignait 80 000 hectares. L' orange domine largement avec 54 227 hectares, soit 67,77 % de la surface agrumicole. Viennent ensuite la clémentine (17 263 ha, 21,57 %), le citron (5 833 ha, 7,28 %) et la mandarine (2 577 ha, 3,22 %).

La production nationale a connu une progression notable, passant d' environ 1,1 million de tonnes en 2010/2011 à 1,8 million de tonnes en 2023/2024. Cette production est destinée presque exclusivement au marché intérieur. Si les agrumes sont cultivés dans de nombreuses régions du pays, la Mitidja reste la principale zone agrumicole, concentrant à elle seule 38 % de la production. Au niveau des wilayas, Blida se classe en tête avec 4 millions de quintaux, suivie de Chleff (1,7 million) et de Mostaganem (1,5 million). « ONS : Office National des Statistiques [archive] »

Tableau 2: Evolution de la production agrumicole en quintaux en Algérie (données rapports de l'ONS)

	2016/2017	**2017/2018**	**2018/2019**	**2019/2020**	**2020/2021**
Agrumes	13 442 745	14 774 263	15 834 930	15 643 462	15 134 470
Oranges	10 139 513	11 341 943	11 995 351	11 748 452	11 371 907
Clémentines	2 054 473	2 172 109	2 487 839	2 544 761	2 474 855
Mandarines	452 217	455 533	464 659	479 994	429 384
Citrons	777 572	787 979	870 166	853 035	840 185
Pomélos	18 970	16 700	16 915	17 220	18 140

II.5. Transformation de l' orange et valorisation des sous-produits

L' industrie de transformation de l' orange, essentiellement orientée vers la production de jus et d' huiles essentielles, génère entre 40 et 70 % de résidus (écorces, pulpe, pépins) par rapport à la masse fraîche du fruit. Cette proportion élevée de déchets organiques constitue une problématique environnementale non négligeable, mais représente également un gisement de matières premières d' intérêt dans le cadre d' une démarche d' économie circulaire et de développement durable**. (Bocker *et al*., 2024 ; Marchette *et al*., 2025 ; Bodea *et al*., 2025 ; Manakas *et al*., 2024)**.

II.5.1. Les Principaux procédés de transformation

- ✓ **Extraction du jus :** filière dominante, où 50 à 70 % du fruit se trouve converti en déchets organiques, incluant écorces, tissus internes et pépins. **(Bocker *et al*., 2024 ; Bodea *et al*., 2025 ; Gervasi *et al*., 2024).**

- ✓ **Extraction des huiles essentielles (à partir de l' écorce) par :**

  A. **Voies conventionnelles :** hydro distillation, distillation à la vapeur d' eau, pressage à froid. **(Dikmetaş *et al*., 2024 ; Bodea *et al*., 2025 ; Welti-Chanes *et al*., 2025 ; Gavahian *et al*., 2018)**

  B. **Voies innovantes :** assistance par micro-ondes, ultrasons, fluide supercritique, champs électriques pulsés (PEF). Ces technologies se caractérisent par une rapidité accrue, une moindre consommation énergétique, des rendements améliorés et un impact environnemental réduit. **(Bocker *et al*., 2025 ; Bodea *et al*., 2025 ; Yaulilahua-Huacho *et al*., 2025 ; Welti-Chanes *et al*., 2025)**

- ✓ **Séchage des produits et coproduits :** les techniques mobilisées comprennent le séchage à l' air chaud, sous vide, par micro-ondes, par lyophilisation ou encore le séchage solaire. Des prétraitements (ozone, champs électriques pulsés) permettent d' améliorer la diffusion de l' eau, le rendement en huile essentielle ainsi que la préservation des composés bioactifs. **(Bechlin *et al*., 2020 ; Farahmandfar *et al*., 2019 ; Tan *et al*., 2025)**

II.6. Les sous-produits de transformation de l' orange

Selon les données du Département de l' Agriculture des États-Unis (USDA), la production mondiale moyenne d' oranges au cours des campagnes de commercialisation 2015– 2024 est estimée à 48,66 millions de tonnes métriques. Le Brésil se positionne comme le principal producteur, représentant environ 29 % de la production mondiale, avec une estimation de 13 millions de tonnes pour la campagne 2024– 2025. La Chine occupe la deuxième place avec près de 17 % de la production totale (soit 7,62 millions de tonnes), suivie de l' Union européenne, qui contribue à hauteur d' environ 13 %, équivalant à 5,66 millions de tonnes.

Par ailleurs, dans le cadre spécifique de la production de jus d' orange, il est estimé qu' environ 55 millions de tonnes de déchets d' orange sont générées chaque année à l' échelle mondiale **(Lombardi *et al.*, 2025)**.

II.6.1. Les pulpes d'orange

Les sous-produits d' agrumes (épiderme, pulpe, pépins) sont issus de l' extraction du jus. La pulpe, riche en sucres, pectines et parois peu lignifiées, possède une faible valeur protéique mais une haute valeur énergétique. Elle se dégrade rapidement dans le rumen, ce qui impose une limite de distribution à 0,5 % du poids vif pour éviter l' acidose. Déshydratée (92 % MS), elle est comparable à la pulpe de betterave et classée parmi les concentrés ou fourrages de qualité, avec une ingestibilité supérieure à 50 % de la ration.

II.6.1.1. Caractéristique des pulpes

Les pulpes d' agrumes ont des caractéristiques physiques et nutritionnelles proches de celles de la betterave sucrière. Leur teneur en protéines est faiblement soluble (environ 25 %), mais leur valeur énergétique est équivalente à celle des céréales (1,10 UFL et 1,10 UFV/kg MS).

Elles sont généralement déshydratées pour la commercialisation (7 kg de pulpe déshydratée à 92 % MS pour 100 kg de fruits). Elles peuvent aussi être conservées sous forme d' ensilage, de préférence après sur pressage. Grâce à leur richesse en parois facilement digestibles, elles constituent un excellent complément énergétique pour les fourrages grossiers, notamment la paille. La dégradation rapide des résidus d' agrumes (dattes, oranges) par les microflores du rumen (exemple du dromadaire) est supérieure à celle du foin.

Les pulpes d' agrumes, très énergétiques et riches en glucides, complétées par des matières azotées, peuvent remplacer des céréales comme le maïs ou l' orge. Les

recherches montrent une faible digestibilité des protéines (50 %) et une forte digestibilité des lipides (80 %).

II.6.2. Les écorces d'orange

II.6.2. 1. Définitions

C' est la partie externe de fruit, présente un rôle de protection et une source des composés phénoliques **(Teh *et al*. 2014)**.

II.6.2.2. Composition chimique des écorces d'orange

Les écorces d'orange sont une source précieuse à la fois de nutriments (eau, protéines, glucides, lipides et minéraux) et de composés fonctionnels (huiles essentielles, fibres, caroténoïdes, vitamine C, composés phénoliques) **(Goulas & Manganaris, 2012).**

La composition chimique globale des écorces d' agrumes issues des principales variétés comestibles varie en fonction de la variété d' orange, des conditions climatiques et environnementales, ainsi que de la période de récolte **(Ramful *et al*., 2010).** L' écorce d' orange est particulièrement riche en composés phénoliques, notamment des flavonoïdes **(Ma *et al*., 2009)** et des acides phénoliques **(Abd El-aall & Halaeish, 2010).**

II.6.2.2.1. Les polyphénols

Les molécules organiques sont très répandues dans le monde végétal. Comme leur nom l' indique, elles se caractérisent par la présence de plusieurs groupements phénoliques, associés en structures plus ou moins complexes. Les

polyphénols sont des métabolites secondaires des plantes. Dotés de multiples propriétés thérapeutiques, ils jouent un rôle essentiel, notamment dans la prévention des cancers, des maladies cardiovasculaires et de la peroxydation lipidique, ces effets étant attribués à leur potentiel antioxydant **(sievenpiper *et al*, 2018).**

II.6.2.2.2. Les fibres alimentaires

Les fibres alimentaires sont des glucides, d' origine naturelle ou synthétique, qui ne sont ni digérés ni absorbés par l' organisme et qui exercent des effets physiologiques avérés. Contrairement à l' amidon et aux sucres, elles n' élèvent pas le taux de sucre dans le sang.

On distingue deux catégories :

- **Les fibres solubles :** elles se dissolvent dans l' eau pour former un gel plus ou moins visqueux et sont fermentescibles dans le côlon. On les trouve dans les fruits, les légumes, l' avoine, l' orge et les légumineuses.
- **Les fibres insolubles :** elles agissent comme de petites éponges dans l' intestin : en absorbant l' eau, elles augmentent le volume des selles et contribuent à réguler le transit intestinal. Elles sont peu fermentescibles dans le côlon. On les trouve dans les céréales complètes, les noix et les légumes.

  Sante canada 2021

II.6.2.2.3. Les pectines

Les substances pectiques sont des macromolécules de nature glucidique, d'origine exclusivement végétale. Elles représentent un des constituants majeurs de la paroi végétale, lamelle moyenne et paroi primaire. Au cours du pressage ou du rémiage, elles sont partiellement entraînées dans le jus mais en quantités variables selon de maturité des fruits. Ainsi dans les moûts de pomme sortie de presse, la teneur en pectines augmente régulièrement de 150 à 500 mg L- au cours de la

campagne, de début octobre à fin décembre. Le jus de diffusion en contient de 75 à 250 mg L-

Le squelette pectique est formé de l'alternance de régions d'homogalacturonanes (zones lisses) et de régions de rhamnogalacturonanes substituées par des chaines latérales riches en sucres neutres (zones hérissées**). (Encyclopédie des aliments**).

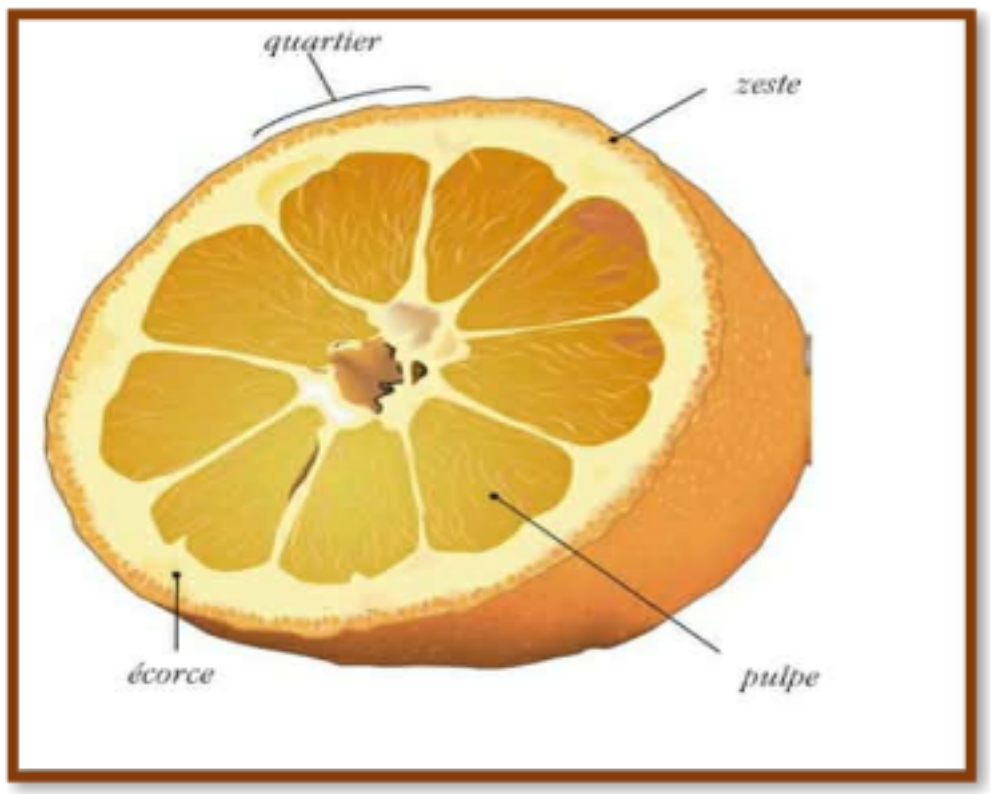


Figure1:La composition d'orange (Encyclopédie visuelle des aliments, QA International)

II.7. Valorisation intégrée des pelures d' orange

Longtemps reléguées au statut de résidus, les pelures d' orange et plus largement les coproduits des agrumes s' imposent comme des matrices à haute valeur ajoutée. Cette requalification repose sur leur richesse exceptionnelle en composés bioactifs, notamment les flavonoïdes, les polyphénols, les huiles essentielles et les fibres alimentaires **(Bratovcic, 2026)**.

D' un point de vue biochimique, l' écorce d' orange constitue une ressource particulièrement polyvalente, renfermant une diversité de molécules d'

intérêt telles que les composés phénoliques, les caroténoïdes, les vitamines, les polysaccharides et les fibres. Cette composition confère à cette biomasse des propriétés biologiques multiples antioxydants, antimicrobiennes, anti-inflammatoires, voire cardioprotectrices et neuroprotectrices qui en font un candidat de choix pour des applications dans les secteurs alimentaire, pharmaceutique, cosmétique et des matériaux durables **(Bratovcic, 2026).**

Sur le plan technologique, différentes approches d' extraction et de transformation ont été développées afin de maximiser la récupération et la fonctionnalité de ces composés. Les extraits d' écorce d' orange, riches en flavonoïdes et acides phénoliques, présentent des activités biologiques bien documentées, notamment antioxydants et anti-inflammatoires **(Chen *et al.*, 2017)**. Par ailleurs, leur structure associe des fibres insolubles (cellulose, hémicellulose, lignine) et solubles (pectine), ces dernières jouant un rôle déterminant dans les propriétés texturants, gélifiantes et stabilisantes des matrices alimentaires **(Pandiarajan *et al.*, 2018)**. Les huiles essentielles, dominées par le limonène et divers terpènes, contribuent quant à elles aux propriétés antimicrobiennes et antioxydants **(Terzioğlu *et al.*, 2021)**, ouvrant des perspectives intéressantes pour l' amélioration de la conservation des aliments.

Au-delà du champ alimentaire, ces coproduits suscitent un intérêt croissant dans le domaine des matériaux biosourcés. Leur incorporation comme biocharges dans les biocomposites permet d' améliorer les propriétés mécaniques et fonctionnelles des matériaux d' emballage, tout en offrant une alternative biodégradable aux polymères conventionnels **(Terzioğlu *et al.*, 2021 ; Fehlberg *et al.*, 2020 ; Rathinavel & Saravanakumar, 2021 ; Tasdemir *et al.*, 2019)**. De surcroît, leur richesse en cellulose permet la production de nanocelluloses, notamment les nanocristaux de cellulose (NCC), intégrables dans des matrices polymériques pour

l' élaboration de films nanocomposites à haute performance, alliant légèreté, résistance et biodégradabilité **(Yaradoddi *et al.*, 2022 ; Bigi *et al.*, 2023)**.

Dans une logique de valorisation en cascade, les pelures d' orange trouvent également des débouchés variés dans plusieurs secteurs industriels. Dans le domaine alimentaire, elles sont utilisées comme additifs naturels pour leurs propriétés aromatiques, colorantes et nutritionnelles, notamment dans les produits de confiserie et de boulangerie. Leur incorporation dans certaines matrices, telles que les produits laitiers glacés, a montré une amélioration significative de la composition nutritionnelle (teneurs en fibres, β-carotène, etc.).

Par ailleurs, la pectine issue de ces pelures présente un intérêt particulier en tant que substrat prébiotique, notamment sous forme d' oligosaccharides pectiques (POS), contribuant à la modulation du microbiote intestinal. Leur richesse en sucres fermentescibles en fait également un substrat de choix pour la production de protéines d' organismes unicellulaires via des microorganismes tels que *Saccharomyces cerevisiae* ou *Candida utilis*.

Dans le domaine zootechnique, leur incorporation dans l' alimentation animale a démontré des effets positifs sur les performances de croissance et la réponse immunitaire. Sur le plan pharmaceutique, les extraits de pelures présentent diverses activités biologiques (antioxydants, antimicrobiennes, antifongiques), certaines molécules spécifiques comme les polyméthoxyflavones (tangerétine, nobilétine) étant étudiées pour leurs effets neuroprotecteurs. Enfin, ces résidus peuvent être valorisés comme bio-adsorbants pour le traitement des effluents ou encore comme matière première pour la production de bioéthanol par hydrolyse et fermentation.

II.8. Incorporation des pelures d' orange en formulation sans gluten

Dans le cadre de valorisation fonctionnelle, l' intégration des pelures d' orange dans les formulations alimentaires apparaît comme une voie particulièrement prometteuse. Leur richesse en fibres alimentaires notamment en pectine ainsi qu' en composés bioactifs leur confère des propriétés technologiques et nutritionnelles intéressantes, en particulier dans les systèmes dépourvus de gluten. En effet, plusieurs travaux ont montré que l' incorporation de fibres issues de coproduits végétaux améliore significativement la texture, la capacité de rétention d' eau et la qualité globale des produits de boulangerie sans gluten, tout en augmentant leur valeur nutritionnelle **(Pandiarajan *et al.*, 2018 ; Djeghim *et al.*, 2021)**.

Plus spécifiquement, l' utilisation de fibres d' agrumes, notamment issues des pelures d' orange, a démontré des effets positifs sur les propriétés rhéologiques des pâtes et sur la structure des produits finis, en améliorant la cohésion, la tendreté et la stabilité du réseau **(Djeghim *et al.*, 2021)**.

Ainsi, l' utilisation des pelures d' orange comme ingrédient fonctionnel dans les formulations alimentaires sans gluten s' inscrit pleinement dans une approche d' innovation durable, conciliant valorisation des coproduits, amélioration des propriétés technologiques et enrichissement nutritionnel. Cette stratégie répond simultanément aux enjeux de qualité des produits sans gluten souvent limités sur le plan textural et aux exigences actuelles en matière de nutrition et de durabilité

Chapitre III

Produits sans gluten

III.1. Définition du gluten

Le gluten est la principale protéine de réserve du grain de blé, constitué d' un mélange complexe de gliadine et de gluténine. Des protéines analogues (sécaline, hordéine, avénine) sont présentes respectivement dans le seigle, l' orge et l' avoine, et sont regroupées sous le même terme générique. Les réseaux protéiques du gluten présentent une variabilité liée à la diversité moléculaire, aux facteurs génotypiques, aux conditions de culture et aux procédés technologiques. Ces structures confèrent au gluten des propriétés uniques déterminant la qualité rhéologique des pâtes pour la panification. Thermostable, le gluten agit comme agent de liaison et de charge ; il est utilisé comme additif pour améliorer texture, rétention d' humidité et flaveur. La gliadine contient des séquences peptidiques très résistantes à la digestion protéolytique gastrique et intestinale. Dans l' alimentation occidentale, l' apport quotidien moyen en gluten est estimé entre 5 et 20 g par jour, et cet apport a été impliqué dans plusieurs troubles physiologiques. Le gluten figure ainsi parmi les réseaux protéiques les plus complexes et joue un rôle clé dans les propriétés rhéologiques des pâtes (**Jessica *et al* 2016).**

III.2. Maladie cœliaque et les troubles liés au gluten

Dans la terminologie scientifique, le « gluten » désigne un ensemble de protéines (prolamines et gluténines) présentes dans le blé, le seigle et l' orge. Ces protéines sont reconnues comme nocives pour les patients présentant des troubles liés au gluten, terme générique regroupant plusieurs pathologies associées à son ingestion : la maladie cœliaque, l' allergie au blé, la sensibilité au gluten non cœliaque, la dermatite herpétiforme (manifestation cutanée de la maladie cœliaque) et l' ataxie au gluten. **Sante canada 2020**

III.2.1. Maladie cœliaque

La maladie cœliaque est une entéropathie chronique d' origine immunitaire survenant chez des individus génétiquement prédisposés, déclenchée par l' exposition aux protéines du gluten. Elle se distingue d' une allergie alimentaire par son mécanisme physiopathologique. Le tableau clinique est très variable en termes d' étendue et de sévérité : manifestations gastro-intestinales fréquentes (douleurs abdominales, diarrhée, ballonnements, constipation), symptômes extra-digestifs (fatigue, céphalées, troubles de la concentration, dépression), voire absence de symptômes apparents avec toutefois anémie ferriprive ou par carence en acide folique, ostéoporose. Chez l' enfant, un retard de croissance ou pubertaire peut être observé. En l' absence d' éviction du gluten et en cas de progression, des complications chroniques multi-organes peuvent survenir. **Santé canada 2020**

III.2.2. Allergie au blé

L' allergie au blé est une réaction immunitaire médiée par les immunoglobulines E (IgE), survenant de quelques minutes à quelques heures après l' ingestion de blé. Elle peut affecter plusieurs systèmes organiques (cutané, respiratoire, gastro-intestinal et cardiovasculaire) et évoluer vers une anaphylaxie. Les protéines du blé impliquées incluent à la fois les protéines du gluten (gliadines et gluténines) ainsi que d' autres protéines telles que les albumines et les globulines. **Santé canada 2020**

III.2.3. Autres troubles liés au gluten

Plusieurs troubles liés au gluten, distincts de la maladie cœliaque et de l' allergie au blé, sont décrits dans la littérature médicale. La sensibilité au gluten non cœliaque désigne un ensemble de manifestations intestinales et extra-intestinales survenant après ingestion de gluten ou d' autres composés du blé, avec des symptômes similaires à ceux de la maladie cœliaque, mais en l' absence de critères diagnostiques de cette dernière et après exclusion de l' allergie au blé. D'

autres troubles se manifestent principalement par des symptômes non gastro-intestinaux : la dermatite herpétiforme, manifestation cutanée de la maladie cœliaque, et l' ataxie au gluten, trouble de la coordination motrice associé à des anticorps sériques positifs pour la maladie cœliaque, avec ou sans atteinte intestinale. **Santé canada 2020**

III.3. Enjeux nutritionnels et technologiques des produits sans gluten

Il existe différents défis à relever dans la production de produits de boulangerie sans gluten. Tout d'abord, le gluten est responsable de différentes caractéristiques fonctionnelles importantes et il s'agit d'une tâche majeure de trouver des ingrédients capables d'imiter le gluten et de développer des aliments cuits sans gluten acceptables sur le plan sensoriel. De plus, l'apport nutritionnel fourni par les produits sans gluten doit également être pris en compte.

Fréquemment, le régime alimentaire des personnes cœliaques est déséquilibré avec une forte consommation d'acides gras saturés et de sucres et un manque de différents nutriments tels que les fibres alimentaires, le fer, le zinc, le magnésium, le calcium, la vitamine B12 et le folate **(Jnawali, Kumar, & Tanwar, 2016 ; Naqash, Gani, Gani, & Masoodi, 2017 ; Vici, Belli, Biondi, & Polzonetti, 2016)**. De plus, les produits sans gluten présentent souvent un index glycémique (IG) élevé en raison de leur composition à base d'amidon. Un IG élevé représente un problème pour les sujets atteints de troubles métaboliques, tels que l'obésité et le diabète. Les biscuits sont à base de farine, de sucre, de graisses et de certains ingrédients mineurs. Les amidons, la farine de riz et de maïs sont principalement utilisés dans la production de biscuits sans gluten. L'objectif de nombreux chercheurs et départements de R&D est d'utiliser des farines alternatives qui pourraient offrir aux biscuits sans gluten une meilleure qualité nutritionnelle, des propriétés fonctionnelles et une qualité sensorielle. Cependant, dans la production de biscuits, la formation du réseau de

gluten n'est pas fondamentale. Par conséquent, il est plus facile de remplacer la farine de blé par des ingrédients sans gluten dans la fabrication de biscuits que dans la production de pain et pâtes alimentaires.

III.4. Définition de biscuit

Le terme « biscuit » dérive du latin *panis biscotis* (« pain cuit deux fois »), évoquant un procédé originel de double cuisson visant à stabiliser le produit et à réduire son humidité, contrairement aux biscuits actuels qui ne subissent qu' une seule cuisson. Caractérisé par une faible teneur en eau, le biscuit résiste aux altérations microbiennes. Technologiquement, il s' agit d' un produit de boulangerie cuit au four, composé principalement de farine de blé tendre, de sucre et de matières grasses, agrémenté d' ingrédients mineurs (lait, sel, arômes, agents de levée). La pâte obtenue est façonnée puis cuite quelques minutes.

III.4.1. Classification des biscuits

La classification des biscuits repose principalement sur la consistance de la pâte, elle-même déterminée par les proportions relatives de farine, sucre, matières grasses et eau. Trois grandes catégories sont distinguées :

- Les pâtes dures ou semi dures, donnant des biscuits secs (casse-croûte, apéritifs)
- Les pâtes molles, destinées aux pâtisseries industrielles (génoises, madeleines, macarons), caractérisées par une teneur élevée en œufs et matières grasses
- Les pâtes à forte teneur en eau ou en lait et faible teneur en matières grasses, correspondant aux gaufrettes **(Maache-Rezzoug et al., 1998a ; Kiger et Kiger, 1967 ; Mohtedji-Lambalais, 1989 ; Manoharr et Rao, 2002).**

III.5. Madeleines

III.5.1. Origine historique de la madeleine de Commercy

La madeleine de Commercy doit son appellation à une jeune soubrette originaire de cette même ville. Selon la tradition, en 1755, elle confectionna ses gâteaux pour le duc Stanislas Leszczynski (portrait ci-contre). Cette tradition lorraine s'est perpétuée jusqu'à l'époque contemporaine.

Les circonstances de cette création sont les suivantes : à la suite du départ précipité de son pâtissier, le duc Stanislas Leszczynski, fin gastronome et amateur de mets délicats, fit appel à une jeune soubrette employée dans ses cuisines à l'épluchage des légumes et au fouettage des crèmes. Celle-ci proposa au duc de préparer les gâteaux typiques de sa région d'origine, dont elle avait eu maintes fois l'occasion d'observer la fabrication auprès de sa grand-mère. Elle exécuta sa proposition et, au moment du dessert, l'ensemble des convives félicita le pâtissier du duc pour ces gâteaux exquis, dorés, appétissants et d'une forme particulièrement élégante.

Le duc fit alors venir la soubrette afin de la complimenter et lui demanda comment elle nommait ces merveilleux gâteaux. Elle répondit qu'elle ne leur attribuait aucun nom spécifique, qu'il s'agissait simplement de gâteaux de son pays d'origine. En réponse, et afin de donner une dénomination à cette préparation, le duc l'interrogea sur son prénom ainsi que sur sa ville d'origine. C'est ainsi qu'il baptisa cette pâtisserie « Madeleine de Commercy ». La soubrette fut nommée pâtissière du roi, dotée financièrement, et transmit son secret à ses descendants. Ce savoir-faire serait encore préservé aujourd'hui, les madeleines de Commercy demeurant sans rivales. **Food science and Nutrition**

III.5.2. Ingrédients et son rôle

III.5.2.1 Sel

Le sel remplit de nombreuses fonctions dans la fabrication et la transformation de la pâte boulangère. L'hydratation de la farine, sous l'effet notamment de différents traitements mécaniques, conduit à la formation de la pâte boulangère, laquelle est assimilable à un milieu colloïdal hydraté dans lequel les granules d'amidon sont insérés au sein d'un réseau de gluten. Placé dans un milieu hydraté, le sodium et le chlore, atomes constitutifs du sel, se dissocient et repassent sous leur forme ionique (Na^+ et Cl^-). Ces ions peuvent alors interagir avec les autres molécules chargées du milieu, telles que les sels, les acides, les protéines et les molécules d'eau. Il en résulte une diminution de l'activité de l'eau (aw), une augmentation de la force ionique ainsi que de la pression osmotique du milieu, ce qui a des conséquences sur la cinétique de développement de la pâte, sa fermentation, sa cuisson, ainsi que sur le rassissement des produits finis **(Innovations Agronomiques, 2019)**.

Au cours de la cuisson, la présence de sel élève les températures de gélatinisation de l'amidon et de coagulation des protéines ***(*Chiotelli *et al.*, 2004*)***, retardant ainsi la température de transition entre la pâte et la mie lors de la cuisson. Après cuisson, le sel ralentit la rétrogradation de l'amidon. Ce phénomène serait attribuable à l'inclusion des ions sodium au sein des molécules d'amidon au cours du stockage, limitant de ce fait la recristallisation de l'amidon **(Beck *et al.*, 2011*)*.** Réducteur de la mobilité de l'eau et fortement hygroscopique, le sel limite également la déshydratation des pains et améliore leur conservation. Il exerce par ailleurs un effet antimicrobien lié à la baisse de l'activité de l'eau (aw) qu'il induit. Le sel joue ainsi un rôle majeur dans l'expression des qualités organoleptiques et technologiques du pain. Toute modification de sa teneur est susceptible d'avoir des

répercussions à la fois sur le plan technologique (machinabilité de la pâte, tolérance à la fermentation) et organoleptique (saveur, rassissement) du produit fini.

III.5.2.2 Sucre, matières grasses et produits de boulangerie fine

Sur le plan réglementaire, le terme « sucre » désigne spécifiquement le saccharose, tandis que le terme « sucres » englobe l'ensemble des mono- et disaccharides. Pris au sens large, les sucres et les matières grasses jouent des rôles fonctionnels majeurs dans les produits de boulangerie fine tels que les biscuits, les cakes, les brioches et les viennoiseries.

Dans les biscuits, ces deux catégories d'ingrédients contribuent majoritairement aux qualités gustatives du produit en bouche, à la génération des composés aromatiques et, plus globalement, à la palatabilité. Acteur indispensable des réactions de Maillard et de caramélisation, le sucre constitue un facteur clé du développement de la couleur et de la flaveur des biscuits **(Davidson, 2016)**. Le sucre et les matières grasses participent également à la texturation de la pâte à biscuit et modulent ainsi l'étalement du produit lors de la cuisson, paramètre déterminant pour la forme et les dimensions finales du produit. En limitant la formation du réseau de gluten, ces deux catégories d'ingrédients contribuent également à la perception de la texture friable caractéristique des biscuits.

Ces rôles cruciaux du sucre et des matières grasses dans les biscuits peuvent être transposés quasi à l'identique aux cakes, notamment en ce qui concerne la couleur, la flaveur et la viscosité de la pâte. Pour ces produits, la solubilisation des gliadines dans la solution concentrée en sucre (phase aqueuse de la pâte) est en grande partie responsable de la viscosité de la pâte. Concernant les matières grasses, leur teneur en acides gras saturés (AGS) impacte directement la proportion de leur fraction solide, ce qui module la texturation des produits, tels que la finesse et la stabilisation de l'alvéolation de la mie du cake, ou encore la qualité du

feuilletage des pâtes feuilletées et des viennoiseries. Ainsi, modifier la teneur en sucre et en matières grasses des produits de boulangerie fine peut conduire à une modification de la nature même du produit et à son reclassement dans une catégorie différente.

III.5.2.3. L'œuf

L'œuf, généralement utilisé sous forme liquide, entre dans la composition des pâtes. Lors du pétrissage, il participe à la structuration de la pâte : ses protéines s'associent à celles de la farine pour former un réseau protéique à structure alvéolaire. Ce réseau se rigidifie à la cuisson, ce qui donne au produit sa texture finale.

III.5.2.4. Levains chimiques

Les levains chimiques sont utilisés dans les industries de pâtisserie et biscuiterie pour faire lever les pâtes, moduler leur pH (une valeur plus élevée de pH étant associée à une coloration plus foncée du produit fini) et conférer, après cuisson, une structure alvéolaire dont le développement varie en fonction de la formulation de la pâte ainsi que de la nature de l'agent levant employé. La formation de cette structure alvéolaire intervient principalement durant la cuisson, sous l'effet du dégagement de dioxyde de carbone ou d'ammoniac, de la dilatation de l'air et de la vaporisation de l'eau du milieu. Ces phénomènes transforment la pâte, initialement compacte, en un produit plus léger, plus agréable à consommer et plus digestible. En biscuiterie, le développement de l'alvéolation est généralement relativement limité, alors qu'il est très marqué en pâtisserie.

III.5.2.5. Farine de riz

La farine de riz est considérée comme le produit le plus approprié pour les applications boulangères en raison de son goût neutre, de sa couleur blanche, de sa

digestibilité et de ses propriétés hypoallergéniques (**Fadinho *et al.*, 2018**). Par ailleurs, d'autres attributs tels que sa faible teneur en protéines, en sodium et en lipides, ainsi que la présence de glucides facilement digestibles, font du riz la farine préférée pour les patients souffrant d'allergies alimentaires (**Torres *et al.*, 2015**).

La farine de riz est obtenue par un processus de broyage par voie humide, dont la taille des particules est fine et uniforme. Ainsi, pour produire une farine de riz de haute qualité, le moulin à broches, équipé d'un tamis, est utilisé afin de moudre les grains de riz séchés à basse température (**Sunjin *et al.*, 2012**).

III.5.2.6. Farine de maïs

La farine de maïs se présente sous la forme d'une poudre blanche fluide, obtenue par un procédé de mouture humide du maïs. Ce procédé comprend successivement des étapes de lavage, concentration, centrifugation, séchage, mouture et tamisage, aboutissant à l'obtention d'un amidon de maïs naturel. Cette farine se caractérise par une texture de gel court, une viscosité relativement élevée ainsi qu'une bonne dispersibilité dans l'eau froide.

Les protéines contenues dans la farine de maïs ne possèdent pas la capacité de former un réseau de gluten. Cette propriété permet son utilisation comme ingrédient dans la production de biscuits plus tendres, en raison du développement réduit du gluten.

En termes de rendement par hectare, le maïs grain occupe la deuxième position après le blé (**FAOSTAT, 2005).** La farine de maïs est composée de l'albumen, lequel contient généralement entre 75 et 87 % d'amidon et 6 à 8 % de protéines. Les zéines, protéines de réserve du maïs, représentent 60 % des protéines totales et sont localisées dans les corps protéiques. Les protéines de l'album s’ en

caractérisent par une teneur élevée en glutamine, leucine et proline, et sont pratiquement dépourvues de lysine et de tryptophane.

Le maïs étant considéré comme une céréale sans gluten, il peut être utilisé dans la fabrication de produits panifiables sans gluten. Des agents liants tels que la gomme xanthane, la gomme de guar, la gomme de caroube et la gomme adragante ont été employés pour remplacer le gluten dans une formulation de pain sans gluten à base d'amidon de maïs. Les auteurs ont observé que ces agents liants induisaient une augmentation du volume du pain ainsi qu'un relâchement de la structure de la mie **(Ács *et al.*, 1996a, b)**.

Le maïs moulu est utilisé dans la production de divers produits, notamment la semoule de maïs, l'amidon de maïs, la farine de maïs (masa farina) et la farine de maïs classique. Cette dernière entre dans la fabrication de produits alimentaires tels que les tortillas, les préparations pour crêpes, les préparations pour pain de maïs, les chips de maïs et les céréales, ainsi que dans la cuisine familiale pour les ragoûts, les soupes et les plats mijotés.

Matériel et Méthodes

IV. Matériels et Méthodes

L' ensemble des travaux expérimentaux a été réalisé au sein des laboratoires pédagogiques du Département d' Agronomie de l' Université 20 Août 1955 de Skikda, ainsi qu' au laboratoire de l' École Normale Supérieure d' Enseignement Technologique d' Azzaba (ENSET).

La démarche expérimentale adoptée a été conduite selon les étapes successives suivantes :

- Collecte et préparation des matières premières ;
- Préparation de la poudre de pelures d' orange ;
- Caractérisation de la poudre obtenue à travers l' évaluation de ses propriétés physico-chimiques, techno-fonctionnelles et antioxydantes ;
- Élaboration de madeleines sans gluten, comprenant une formulation témoin et plusieurs formulations enrichies en poudre de pelures d' orange à différents taux d' incorporation;
- Évaluation de la qualité des madeleines formulées par la détermination de leurs caractéristiques physico-chimiques, l' analyse de certaines propriétés technologiques ainsi que l' appréciation de leurs qualités sensorielles.

IV.1. Préparation de la poudre des pelures d' orange

La poudre de pelures d' orange a été obtenue à partir de fruits frais d' orange (Citrus sinensis) acquis en février 2026. Après un lavage soigneux, les fruits ont été broyés à l' aide d' un extracteur mécanique (molinex) permettant la séparation simultanée du jus et de la fraction solide. Cet équipement reproduit le principe de fonctionnement utilisé dans l' industrie des jus d' agrumes, où le jus est extrait tandis que les résidus solides sont récupérés sous forme de coproduits. La fraction solide obtenue, correspondant au résidu d' extraction, était principalement constituée de pelures, d' albédo et de tissus internes, avec la

présence de faibles quantités résiduelles de pulpe et de graines. Cette démarche visait à simuler les coproduits générés lors de la transformation industrielle des oranges en jus. Les graines, ont été retirées manuellement avant la poursuite des expérimentations afin d' obtenir une matière première plus homogène et représentative des pelures destinées à la valorisation.

Le résidu ainsi obtenu a été étalé en couches minces sur un plateau puis séché à dans un four ventilé réglé à 55 ° C, jusqu' à obtention d' une matière suffisamment déshydratée. Après séchage, il a été broyé puis tamisé afin d' obtenir une poudre de granulométrie inférieure à 500 µm. La poudre obtenue a ensuite été conditionnée dans des bocaux en verre hermétiques et conservée à température ambiante jusqu' à son utilisation dans la formulation des madeleines sans gluten.

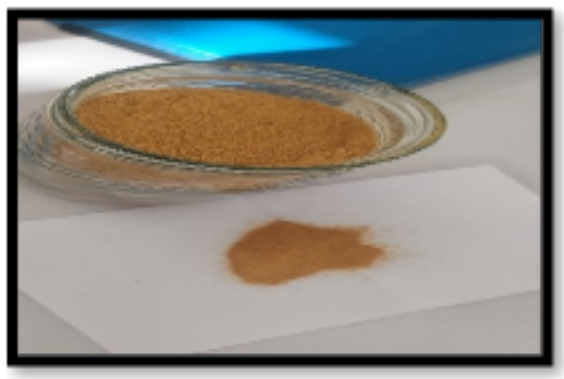
Le choix d' un séchage en four ventilé à 55 ° C repose sur la nécessité de réduire efficacement la teneur en eau du matériau tout en limitant l' altération des composés bioactifs thermosensibles. Cette température modérée favorise l' élimination de l' humidité, contribuant ainsi à la stabilité microbiologique et à la conservation du produit, tout en préservant au mieux ses constituants d' intérêt nutritionnel et fonctionnel, notamment les fibres alimentaires, les pectines et une partie des composés phénoliques présents dans les pelures d' orange.

La poudre obtenue, constituée de marc d' orange, a été utilisée comme ingrédient fonctionnel dans la formulation de produits de biscuiterie sans gluten.





A : pelures d`orange **B :** pelures avant séchage **C :** pelures après séchage



D : Poudre des pelures d`orange après broyage

Figure 2: Étapes de préparation de la poudre de des pelures d'orange

IV.2. Détermination de la composition biochimique de la poudre

IV.2.1. Potentiel d' hydrogène (pH)

La détermination du pH a été réalisée conformément à la méthode 02-52.01 de *l' American Association of Cereal Chemists* (AACC, 2000). La mesure a été effectuée à l' aide d' un pH mètre préalablement étalonné, selon la procédure standard recommandée par cette méthode.

- **Mode opératoire**

Une quantité de 5g de poudre ont été dispersés dans 50 mL d' eau distillée tiède. Le mélange a été homogénéisé sous agitation magnétique jusqu' à obtention d' une suspension uniforme, puis filtré afin d' éliminer les particules insolubles. Le

pH du filtrat obtenu a ensuite été mesuré à l' aide d' un pH-mètre préalablement étalonné.



Figure 3:Mesure du PH avec le PH mètre

IV.2.2 Détermination de la teneur en eau (humidité)

La teneur en humidité des échantillons a été déterminée selon la méthode AOAC 926.12 **(AOAC, 2005)**. Une prise d' essai de **5 g** de poudre est placée dans un creuset préalablement taré, puis soumise à un séchage dans une étuve ventilée (Memmert, Allemagne) à 105 ° C jusqu' à obtention d' un poids constant. Après séchage, les creusets sont refroidis dans un dessiccateur afin d' éviter toute reprise d' humidité, puis pesés. L' ensemble des analyses a été réalisé en triplicata. Le pourcentage d' humidité (**H%**) de chaque échantillon est calculé à l' aide de la formule suivante :

$$H(\%) = \frac{m1 - m2}{m} \times 100$$

En g pour 100 g de poudre, où :

- **m :** masse de la prise d' essai en g.
- **m1 :** masse de la prise d' essai avec le creuset en g.
- **m2 :** masse du résidu sec avec le creuset en g

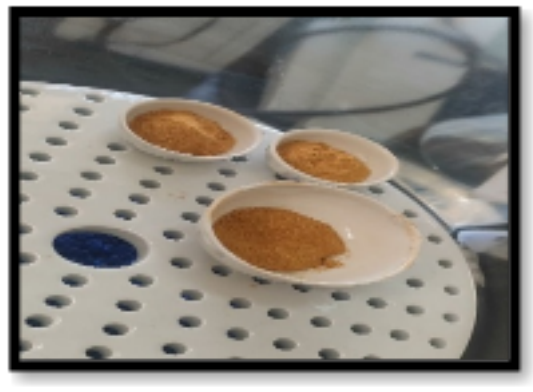


Figure 4:Poudre de pelures d'orange après séchage dans l'étuve

IV.2.3. Détermination de la teneur en cendres

Le dosage des cendres repose sur le principe de l' incinération complète de la matière organique à une température élevée, ne laissant subsister que la fraction minérale de l' échantillon. L' analyse a été réalisée selon la méthode officielle **AOAC 942.05 (AOAC, 2005)**.

- ✓ **Mode opératoire**

Une masse de **2 g** de poudre est précisément pesée dans des creusets préalablement tarés, puis introduite dans un four à moufle (*Thermo Scientific – Thermolyse*) réglé à **550 ° C**. L' incinération est maintenue jusqu'à l'obtention d'un résidu inorganique constant, de couleur blanche ou blanc grisâtre, signe d' une combustion réussie.

À la sortie du four, les creusets sont transférés dans un dessiccateur afin de refroidir à température ambiante à l' abri de l' humidité, puis pesés avec précision. Chaque détermination a été effectuée en triplicata, afin d' assurer la fiabilité et la reproductibilité des résultats.

✓ **Expression des résultats**

Le taux de cendres totales (C%), exprimé en pourcentage de matière sèche, est calculé selon la relation suivante :

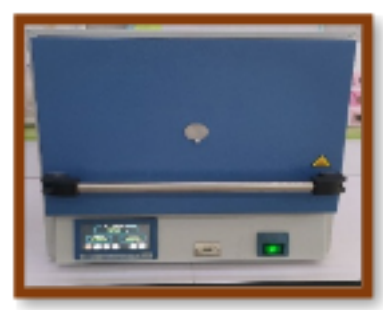
$$\text{Taux de cendre (\%)} = \frac{m1}{m} \times 100$$ En g pour 100 g de poudre

Où :

- **m :** masse de la prise d' essai avant incinération en g.
- **m1 :** masse du résidu après incinération en g.



A : pesée de l' échantillon



B : Four a moufle SELHORN R 8L

Figure 5: Illustration du mode opératoire de la détermination de la teneur en

IV.2.4. Détermination de la teneur en sucres totaux (ST)

La teneur en sucres totaux est déterminée par la méthode colorimétrique au phénol-acide sulfurique, selon le protocole de **Dubois et al. (1956).**

✓ **Principe**

Cette méthode repose sur la déshydratation des oses sous l' action de l' acide sulfurique concentré à chaud, entraînant la formation d' hydroxyméthylfurfural (HMF) à partir des hexoses et de furfural à partir des

pentoses. Ces composés réagissent ensuite avec le phénol pour former des complexes colorés de teinte jaune-orangé. L' intensité de la coloration obtenue est proportionnelle à la concentration en sucres présents dans l' échantillon. La lecture de l' absorbance est réalisée à une longueur d' onde de 490 nm à l' aide d' un spectrophotomètre.

- ✓ **Mode opératoire**

- **Préparation des extraits glucidique de pelures d`orange** :

Dans un bécher, 2 g de poudre ont été mélangés avec 100 mL d'eau distillée. Le mélange est chauffé sur une plaque chauffante en agitant pendant 40 min à une température de 60° C. Une filtration préalable est réalisée à l'aide d' une passoire et du coton.

- Dosage colorimétrique des sucres totaux a été réalisé selon les étapes suivantes :

- Prélever 1 mL de l' extrait préparé et l' introduire dans un tube à essai.
- Ajouter 0,25 mL de solution de phénol à 5 %.
- Ajouter ensuite 1,5 mL d' acide sulfurique concentré à l' aide d' une micropipette.
- Homogénéiser le mélange par une agitation douce.
- Placer les tubes dans un bain-marie préchauffé à 60 ° C.
- Incuber pendant 40 minutes afin de permettre le développement de la coloration jaune-rouge caractéristique.
- Retirer les tubes du bain-marie et les laisser refroidir à température ambiante.
- Mesurer l' absorbance des échantillons à 490 nm à l' aide d' un spectrophotomètre.

La teneur en sucres totaux a été déterminée à partir d' une courbe d' étalonnage du glucose établie à différentes concentrations (Annexe 2). Les concentrations obtenues ont ensuite été converties et exprimées en grammes pour 100 grammes de matière sèche (g/100 g MS), correspondant au pourcentage (%) de matière sèche.

- Préparation de la gamme étalon :

-Préparer une solution mère de glucose de concentration 0.5 mg/mL, par dissolution de 100 mg dans 200 ml d'eau distillée.

-Préparer une série des dilutions à partie de la solution mère de glucose : 100, 80, 60, 50, 40, 20 et 0 µg/mL.

Tableau 3: Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres totaux (ST)

Concentration (µg/mL)	100	80	60	50	40	20	0
V1 SM (ml)	2	1,6	1,2	1	0,8	0,4	0
Eau ml	8	8,4	8,8	9	9,2	9,6	10
Volume total ml	10	10	10	10	10	10	10

Après :

Prélever 0.5 ml de chaque dilution et versez-le dans le tube à essai vide.

↓

Ajouter 0.5 ml de phénol de 5%.

↓

Ajouter 2.5 ml d'acide sulfurique concentré (96%).

↓

Vortexer les tubes et maintenez-les à 100° C pendant 5 min

↓

Vortexer les tubes et maintenez-les à 100° C pendant 5 min.

↓

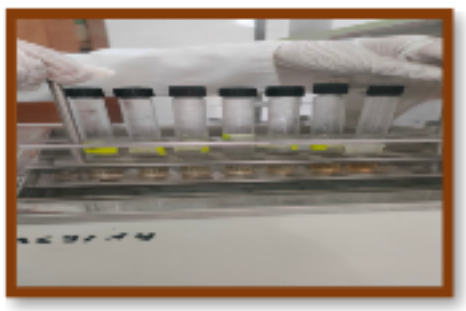
Vortexer les tubes et maintenez-les à 100° C pendant 5 min.

↓

Incuber pendant 30 min à l'abri de la lumière et à Tu ambiante.

↓

Lire l'absorbance à 490 nm.





A : chauffage des tubes à essai **B :** la lecture dans le

Figure 6 :Etapes de préparation de la courbe d'étalonnage des sucres totaux selon la méthode de Dubois *et al*.(1956) .

IV.2.5. Détermination de la teneur en sucres réducteurs

Les sucres réducteurs sont des sucres simples donneurs d' électrons dans une réaction d' oxydo-réduction. Par exemple le glucose, le fructose et le maltose. Ils possèdent une fonction aldéhyde (**Gillet, 2012***)*. La teneur en sucres réducteurs des poudres de caroube et de nabaq a été déterminée selon **la méthode colorimétrique de Miller (1959),** utilisant l' acide 3,5-dinitrosalicylique (DNS) comme réactif.

- ✓ **Principe**

La méthode de détermination des sucres réducteurs par la méthode de Miller (1956) (DNS-NaOH) est basée sur la réaction entre les sucres réducteurs, tels que le glucose, le fructose et le lactose, et l'acide 3,5-dinitrosalicylique (DNS) en présence d'hydroxyde de sodium (NaOH). Cette réaction conduit à la formation d'un complexe coloré (couleur orange) qui peut être mesuré à une longueur d'onde spécifique, généralement à 540 nm.

- ✓ **Mode opératoire**

A. Dosage colorimétrique des sucres réducteurs

Un volume de 1 mL de l' extrait glucidique préparé précédemment pour le dosage des sucres totaux a été introduit dans un tube à essai, puis mélangé à 1 mL du réactif DNS. Après homogénéisation, le mélange réactionnel a été incubé dans un bain-marie bouillant à 100 ° C pendant 10 minutes afin de permettre le développement de la coloration. Les tubes ont ensuite été refroidis rapidement à température ambiante, puis l' absorbance a été mesurée à 540 nm à l' aide d' un spectrophotomètre, en utilisant comme blanc une solution constituée d' eau distillée et de réactif DNS.

La concentration en sucres réducteurs a été déterminée à partir de la courbe d' étalonnage du glucose établie à différentes concentrations (Annexe X). Les concentrations obtenues ont ensuite été converties et exprimées en grammes pour 100 grammes de matière sèche (g/100 g MS), correspondant au pourcentage (%) de matière sèche.

B. Préparation la gamme étalon

La gamme d' étalonnage a été préparée à partir d' une solution mère de glucose à 2 g/L. Les concentrations de glucose utilisées sont résumées dans le tableau X.

Tableau 4: Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres réducteurs

Tubes	Blanc	1	2	3	4	5
Solution mère de glucose (mL)	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1
Eau distillée (mL)	1	0.8	0.6	0.4	0.2	0

Volume DNS Ml	2
Chauffage au bain marie 100° C pendant 10min	
Refroidissement à l' eau courante	
Lecture de l' absorbance au Spectrophotomètre à 530nm	

IV.2.6. Détermination de la teneur en fibres

La teneur en fibres brutes est déterminée selon la méthode de Weende décrite par Henneberg et Stohmann (1864), à l' aide d' un extracteur de fibres brutes (FIWE, *Velp Scientifica*, Italie). Cette méthode repose sur la solubilisation sélective des constituants non cellulosiques par des hydrolyses successives en milieu acide puis alcalin. L' hydrolyse acide permet l' élimination des sucres et de l' amidon, tandis que l' hydrolyse alcaline vise principalement l' extraction des protéines ainsi qu' une partie de l' hémicellulose et de la lignine.

- ✓ **Mode opératoire**

Une prise d' essai de **1 g** d' échantillon a été soumise à une hydrolyse acide par ébullition pendant **30 min** dans **150 mL d' une solution d' acide sulfurique (H_2SO_4) à 1,25 %**, en présence de n-butanol utilisé comme agent anti moussant. Le résidu est ensuite lavé **trois fois** avec **30 mL d' eau distillée chaude**. Après élimination du dernier lavage, **150 mL d' hydroxyde de potassium (KOH) à 1,25 %**, additionnés de **trois gouttes de n-butanol**, sont ajoutés et portés à ébullition pendant **30 min** afin de réaliser l' hydrolyse alcaline.

À l' issue de cette étape, l' échantillon est de nouveau lavé **trois fois** avec **30 mL d' eau distillée chaude**, puis rincé une dernière fois à l' eau froide afin de permettre le refroidissement des creusets.

Le contenu des creusets est lavé trois fois avec 25 ml d' acétone. Après séchage dans une étuve à 105 ° C jusqu'à masse constant, les résidus sont incinérés dans un four à moufle à 550 ° C pendant 3 h, refroidis et repesés (m_2). Le test a été réalisé en triplicata. Le taux de fibres brutes (F) est calculé par la formule suivante :

$$F(\%) = \frac{m1 - m2}{m} \times 100$$ en g pour 100g de poudre

Où :

m_1 : masse des fibres brutes + masse des cendres en g.

m_2 : masse des cendres en g.

m: masse de la prise d' essais de l' échantillon en g.

IV.2.7. Détermination de la teneur en pectine

Une prise d' essai de 2g d' échantillon est mélangée d' abord avec 40 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 N. Le mélange est chauffé à 90° C pendant 45 min, pour l' hydrolyse de la protopéctine, puis refroidi à température ambiante. Le surnageant est récupéré par filtration sur une passoire en nylon. Un volume de filtrat est dispersé dans deux volumes d'éthanol à 95% (V / 2V), la pectine a été précipitée pendant une nuit à température ambiante à l'abri de la lumière. Ensuite, la pectine précipitée est recueillie par filtration sur une passoire en nylon, lavée deux fois avec de l'éthanol à 70% pour éliminer le mono et des disaccharides puis centrifugée (20 minutes ; 10000 tr / min, 10 ° C). Finalement, le surnageant est jeté et la pectine humide

obtenue est séchée à 65 ° C jusqu'à ce que son masse soit constant **(Liew *et al.*, 2014 ; Doukani et Tabak, 2015 ; Abid *et al.*, 2017)**.

Le pourcentage de rendement des échantillons en pectine est calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$\textbf{pectine}\ (\%) = \textbf{masse de la pectine obtenu}\ (\textbf{g}) \backslash\ \textbf{masse initial de l'}\ \textbf{échantillon}\ (\textbf{g}) \times\ \textbf{100}$$





A : chauffage de mélange **B :** centrifugation de mélange

Figure 7:Illustration des étapes de la détermination de la teneur en

IV.3. Détermination des propriétés techno-fonctionnelles de la poudre de pelures d' orange

IV.3.1 Détermination de la capacité de rétention d' eau

La capacité de rétention d'eau (CRE) de la poudre des écorces d' orange a été estimée selon la méthode de **(Badia-Olmos *et al.*, 2023)**. Une quantité de **1 g** de chaque échantillon a été mélangée à **10 mL** d'eau distillée.

Les suspensions résultantes ont été vortexées pendant **30 sec** puis laissées au repos pendant 2h à température ambiante. Les suspensions ont ensuite été centrifugées pendant **10 min à 4000rpm** (à l'aide d'une centrifugeuse SIGMA). Le précipité a été séché à 100 ° C et la CRE a été calculée comme suit :

$$CRE\ (\ \frac{g}{g}\ ) = \frac{\mathrm{mph} - \mathrm{mps}}{\mathrm{me}}$$

Où :

mph : masse du précipité humide.

mps : masse du précipité séché.

me : masse de l'échantillon.

IV.3.2 Capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile (CRH) des farines a été déterminée selon la méthode décrite par **(Badia-Olmos *et al*. 2023)**. Pour cela, 1 g de chaque échantillon de farine a été mélangé à 10 mL d'huile à l'aide d'un mélangeur vortex.

Les échantillons ont ensuite été laissés au repos à température ambiante (22 ± 2 ° C) pendant 1 h avant d'être centrifugés à 4000 tr/min pendant 10 min. L'excès d'huile a été décanté en retournant les tubes sur du papier absorbant, et les échantillons ont été laissés égoutter. La CRH a été calculée comme suit :

$$CRH(\ \frac{g}{g}\ ) = \frac{me - me_0}{me_0}$$

Où :

m_e : masse de l'échantillon, y compris l'huile retenue (g).

m_{e0} : masse de l'échantillon initial (g).



Figure 8: Précipité obtenu après centrifugation pour mesurer la CRH

IV.3.3. Capacité de gonflement

La capacité de gonflement (CG) a été déterminée selon la méthode décrite par Alam et al. (2023). Dix grammes de farine ont été introduits dans une éprouvette graduée de 100 mL, puis de l' eau distillée a été ajoutée jusqu' à atteindre un volume total de 30 mL. Après une agitation soigneuse afin d' assurer une bonne dispersion de l' échantillon, le mélange a été laissé au repos pendant 20 heures à température ambiante. À l' issue de cette période, le volume final occupé par l' échantillon a été relevé et la capacité de gonflement a été calculée à l' aide de la formule suivante :

$$CG(\%) = \frac{(\mathrm{Vf} - \mathrm{Vi})}{\mathrm{Vi}} \times 100$$

Où :

Vi : le volume de l'échantillon (mL) à 0 min.

Vf : le volume de l'échantillon après 20 h (mL).

IV.3.4 Capacité émulsifiante

La capacité émulsifiante (CE) de la poudre de pelures d' orange a été déterminée suivant la méthode décrite par **Badia-Olmos et al. (2023).**

- ✓ **Mode opératoire**

Un échantillon de 1 g de poudre a été mélangé avec 20 mL d'eau distillée et 20 mL d'huile de tournesol. Ce mélange a ensuite été émulsifié à l'aide d'un homogénéisateur fonctionnant à 9500 tr/min pendant 1 min. Par la suite, il a été soumis à une centrifugation à 3000× g pendant 5 min à température ambiante.

- ✓ **Expression des résultats**

La capacité émulsifiante est calculée avec la formule suivante :

$$CE(\%) = \frac{\text{HCEM}}{\text{HCEN}} \times 100$$

Où :

HCEM : hauteur de la couche d'émulsion (mm).

HCEN : hauteur de la couche entière (mm).



Figure 9:Mesure de la hauteur de la couche d'émulsion après centrifugation

IV.4. Détermination des propriétés antioxydants

IV.4.1 Extraction des composés phénoliques

L' extraction des composés polyphénoliques libres et conjugués à partir des pelures d' orange a été réalisée par macération hydro-alcoolique, selon un protocole adapté de **(Bocco, A., Cuvelier, M. E., Richard, H., & Berset, C. 1998)**

Une masse de **10 g** de poudre des pelures d' orange, préalablement séchées et finement broyées, a été mise en contact avec 100 mL d' éthanol à 80 % (v/v). Le mélange a été incubé à température ambiante pendant 24 heures, avec une agitation initiale de 2 heures afin d' assurer une homogénéisation efficace et de favoriser la solubilisation des composés phénoliques.

À l' issue de la macération, l' extrait a été centrifugé pendant 15 minutes, puis le surnageant a été filtré à l' aide d' un papier filtre afin d' éliminer les résidus solides.

L' extrait éthanolique obtenu a été utilisé directement, sans évaporation préalable du solvant, pour le dosage des composés phénoliques totaux, des flavonoïdes et pour l' évaluation de l' activité antioxydante par le test DPPH.

Avant analyse, l' extrait brut a été dilué de manière appropriée afin de rester dans la zone de linéarité des méthodes spectrophotométriques employées. Les résultats ont été exprimés par rapport à la matière sèche initiale, en tenant compte du volume total d' extraction et des facteurs de dilution. Les extraits ont été conservés à 4 ° C, à l' abri de la lumière, et analysés dans un délai court afin de limiter toute dégradation oxydative

V.4.2. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux est déterminée avec le spectrophotomètre UV-Vis grâce à la méthode de Folin-Ciocalteu décrite par **Singleton et Rossi (1965).** Brièvement, 0,3 mL d' extrait éthanolique sont ajoutés à 1,5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu 10 fois dilué. Les solutions sont mélangées et incubées pendant 4

minutes. Après l' incubation, 1,2 mL de la solution de carbonate de sodium Na_2CO_3 (7,5 %) sont ajoutés. Le mélange final est secoué et puis incubé pendant 2 heures dans l'obscurité à température ambiante. L'absorbance de tous les extraits est mesurée par un spectrophotomètre à 765 nm. Une courbe d' étalonnage (annexe) est réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l' acide gallique à différentes concentrations (15,62– 200 µg/ml).

Toutes les mesures ont été effectuées en triplicata. La concentration des polyphénols est calculée à partir de la droite d' étalonnage établie avec l' acide gallique (annexe 4). Les résultats sont exprimés en milligrammes d' équivalents d' acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g m.s).

IV.4.3. Dosage des flavonoïdes totaux

Les flavonoïdes donnent avec le chlorure d' aluminium des complexes chromogènes de couleur jaune, coloration dont l' intensité est mesurable à un spectrophotomètre à UV 430 nm **(Donzo *et al.*, 2015)**.

La teneur en flavonoïdes totaux est déterminée par une méthode colorimétrique décrite par **(Serra *et al.*, 2001)**.

1 mL de chlorure d' aluminium ($AlCl_3$ à 2%) est additionné à 1 ml d' extrait. Après 15 mn d' incubation à l' abri de la lumière, l' absorbance est mesurée à 430 nm. Les résultats ont été exprimés en mg équivalent de quercétine par gramme de matière sèche (mg EQ/g M.S) en se référant à une courbe d' étalonnage préparée par la quercétine (Annexe).

IV.4.4. Détermination de l' activité antioxydante

L' évaluation du potentiel antioxydant des extraits de poudre de pelures d' orange a été conduite en utilisant le test de piégeage du radical DPPH• .

✓ **Principe**

Le composé chimique 2,2diphényl-1- picrylhydrazyl (α,α-diphényl-β-picrylhydrazyle) fut l' un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure- activité antioxydant des composés phénoliques. Du fait que ce composé possède un électron non apparié sur un atome du pont d' azote, les molécules du radical ne forme pas des dimères il reste donc sous sa forme monomère relativement stable à température ambiante. C' est cette délocalisation qui provoque la coloration violet foncé bien caractéristique de la solution de DPPH. Mesurer la diminution de la coloration de DPPH permet de mesurer l' efficacité d' un antioxydant, due à une recombinaison des radicaux DPPH qui possède une absorbance maximum à 515 nm.

Concernant les composés phénoliques, le mécanisme principal d' action est le piégeage des radicaux libres par transfert de l' atome H sur le DPPH° alors transformé en une molécule stable DPPH **(Popovici *et al.*, 2010).** Les résultats peuvent être exprimés en tant qu' activité antiradicalaire ou en pourcentage d' inhibition des radicaux libres.

✓ **Mode opératoire**

- Préparation de la solution DPPH : Par Dissolution de 4mg de DPPH dans 100 mL éthanol (couvrir la solution avec l' aluminium) ;
- Prélever **100 µL** d' extrait éthanolique, puis mélanger avec **2 mL** de solution de DPPH à **0,1 mm** (faire 3 répétitions), Agiter pendant 10 secondes, puis conserver à l' obscurité à température ambiante pendant 30 minutes ;

- Mesurer l' absorbance à **517 nm** au spectrophotomètre contre un blanc contenant uniquement le solvant (2mL éthanol) ;
- Pour l' échantillon contrôle (blanc) Utiliser **2ml** solution de **DPPH** et **100uL** éthanol à la place de l' extrait et enregistrer l' absorbance comme blanc.

- **Témoin positif :** Acide Ascorbique (Vitamine C) à (1 mg/ml) a été préparé par dissolution de 10 mg d'acide ascorbique dans 10 ml d' éthanol.
- Le pourcentage d'inhibition (I %) a été calculé selon l'équation suivante :

$$I(\%) = \frac{(\text{Abs blanc} - \text{Abs échantillon})}{\text{Abs blanc}} \times 100$$

Où :

- **Abs blanc :** absorbance du blanc (DPPH dans l' éthanol).
- **Abs échantillon :** absorbance de l'échantillon.

IV.5. Analyse de la couleur de la poudre de pelures d' orange

La couleur de la poudre de pelures d' orange a été déterminée à l' aide de l' application Android Color Grab (version 3.6.1, Loomatix Ltd., Royaume-Uni), selon une méthode adaptée de Djeghim et al. (2021).

Les mesures ont été effectuées dans l' espace colorimétrique CIELAB (L*, a*, b*), largement utilisé pour la caractérisation de la couleur des produits alimentaires (Chen et Ren, 2014). Dans ce système :

L* : représente la luminosité, avec des valeurs comprises entre 0 (noir) et 100 (blanc) ;

a* : traduit la composante chromatique vert– rouge, les valeurs négatives indiquant une tendance vers le vert et les valeurs positives une tendance vers le rouge ;

b*: correspond à la composante bleu– jaune, les valeurs négatives indiquant une tendance vers le bleu et les valeurs positives une tendance vers le jaune.

Pour l' analyse, une fine couche homogène de poudre a été disposée dans une boîte de Petri blanche, puis photographiée à l' aide de l' appareil photo d' un smartphone placé à distance fixe. Les coordonnées colorimétriques L*, a* et b* ont ensuite été extraites et analysées à l' aide de l' application Color Grab. Toutes les mesures ont été réalisées en triplicata et les résultats exprimés sous forme de moyenne ± écart-type.

IV.6. Préparation Des Madeleines sans gluten enrichies en poudre de pelures d' orange

IV.6.1. Matière première de l' étude

Une variété de matières premières (MP) a été utilisée dans cette étude pour la préparation des madeleines sans gluten enrichies en PEO. Un mélange de farine de riz et de farine de maïs a été utilisé comme base de la formulation sans gluten, la poudre de pelures d' orange a été incorporée à différents taux afin d' évaluer son effet sur les caractéristiques physico-chimiques et sensorielles du produit finis.

- **Farine de riz**

La farine de riz provient de DIET HOUSES RYAM, et est conditionnée dans un sac transparent de 800 g.



Figure 10:Farine de riz utilisée

➢ **Farine de maïs**

La farine de maïs provient de DIETEGOC (Sétif, Algérie), conditionnée dans un sac transparent de 800 g.



Figure 11:Farine de maïs utilisée

➢ **Poudre de pelures d' orange**

La Poudre de pelures d' orange a été utilisée comme ingrédient fonctionnel dans la formulation des madeleines sans gluten. Elle a été incorporée à différents taux de substitution (10%,15%,20%).

➢ **Autres ingrédients**

- **Huile**

L' huile végétale de tournesol utilisée de la marque FLEURIAL, conditionnée dans une bouteille en plastique de 1 L qui a été achetée sur le marché local.

- **Sucre**

Le sucre utilisé est un sucre blanc cristallisé raffiné de la marque SKOR(Cevital), conditionné dans un emballage de 1 kg

- **Œufs**

Les œufs frais ont été approvisionnés sur le marché local.

- **Levure chimique**

La levure chimique sans gluten est de la marque NOUARA, conditionnée en sachets de 10 g.

IV.6.2. Formulation des madeleines sans gluten

La formulation de base des madeleines sans gluten utilisée dans cette étude repose sur un mélange de farine de riz et de farine de maïs. La formulation témoin (F0) a été élaborée sans incorporation de poudre de pelures d' orange (PPO). Les formulations enrichies ont été obtenues par substitution partielle du mélange de farines par la PPO à des taux d' incorporation de 10 %, 15 % et 20 %, correspondant respectivement les formulations F10, F15 et F20.

IV.6.3. Préparation des madeleines

Les madeleines sans gluten ont été élaborées selon la méthode conventionnelle de fabrication des produits de pâtisserie de type madeleine, inspirée des procédés décrits par Gómez et al. (2009) et AACC (2000), avec des adaptations liées à l' incorporation de la poudre de pelures d' orange (PPO).

Dans un premier temps, les œufs entiers et le sucre ont été battus jusqu' à obtention d' un mélange blanchâtre, mousseux et homogène. L' huile végétale a ensuite été incorporée progressivement sous agitation continue afin de favoriser la formation d' une émulsion stable. Parallèlement, les ingrédients secs, constitués du mélange de farine de riz, de farine de maïs, de levure chimique et de poudre de pelures d' orange aux différents taux de substitution (10 %, 15 % et 20 %), ont été préalablement homogénéisés puis incorporés graduellement à la phase liquide.

La pâte obtenue a été soigneusement mélangée jusqu' à l' obtention d' une consistance homogène, lisse et exempte de grumeaux. Elle a ensuite été répartie uniformément dans des moules à madeleines préalablement préparés.

La cuisson a été réalisée dans un four électrique préchauffé à 180 ° C pendant 10 à 15 minutes, jusqu' à l' obtention d' une coloration dorée caractéristique. Après cuisson, les madeleines ont été démoulées puis refroidies à température ambiante avant d' être conditionnées dans des emballages appropriés pour les analyses ultérieures.



Figure 12:Photos de produit finis de

IV.7. Évaluation de la qualité des madeleines

IV.7.1. Mesure du pH

Après cuisson, les madeleines sont refroidies à température ambiante puis réduites en poudre homogène. Une prise d' essai de 10 g de poudre est ensuite mise en suspension dans 100 ml d' eau distillée. Le mélange est agité pendant 30 min à température ambiante afin d' assurer une extraction complète des composés solubles.

Après agitation, la suspension est laissée au repos pendant 10 min pour permettre la décantation des particules insolubles. Le pH du surnageant est ensuite mesuré à l' aide d' un pH-mètre calibré. Cette méthode est adaptée des protocoles décrits par Majzoobi et al. (2016, 2017) pour l' évaluation du pH dans les matrices de produits de boulangerie.

IV.7.2. Détermination de la teneur en humidité des madeleines

La teneur en humidité des madeleines a été déterminée selon la méthode gravimétrique de référence décrite par l' AOAC (2005), basée sur la perte de masse après séchage à l' étuve.

- ✓ **Principe**

La méthode consiste à éliminer l' eau contenue dans l' échantillon par chauffage à **105 ° C** jusqu' à obtention d' une masse constante. La différence de poids avant et après séchage correspond à la quantité d' eau évaporée.

- ✓ **Mode opératoire**

1. Les madeleines sont préalablement refroidies à température ambiante puis broyées afin d' obtenir un échantillon homogène.
2. Un creuset propre et sec est placé dans une étuve à 105 ° C pendant 30 min, puis refroidi dans un dessiccateur et pesé (mo).
3. Environ **5 g** d' échantillon broyé sont introduits dans le creuset et l' ensemble est pesé (m_1).
4. Les creusets contenant les échantillons sont placés dans une étuve ventilée (**Memmert, Allemagne**) réglée à **105 ± 2 ° C** pendant **24 heures** ou jusqu' à obtention d' une masse constante.

5. Après séchage, les creusets sont retirés de l' étuve, placés dans un dessiccateur pendant 30 min afin d' éviter toute reprise d' humidité, puis pesés à nouveau (m_2).

La teneur en humidité est calculée selon la formule suivante :

$$H\ (\%) = \frac{\mathrm{m1} - \mathrm{m2}}{\mathrm{m1} - \mathrm{m0}} \times 100$$

Où :

- m_0 : masse du creuset vide (g) ;
- m_1 : masse du creuset + échantillon avant séchage (g) ;
- m_2 : masse du creuset + échantillon après séchage (g).

IV.7.3. Détermination de la teneur en cendres

La teneur en cendres des madeleines a été déterminée conformément à la méthode officielle de l' AOAC 2023 (Official Method 923.03).

✓ **Principe**

La teneur en cendres est déterminée par incinération de l' échantillon à 550 ± 25 ° C jusqu' à élimination complète de la matière organique. Le résidu minéral obtenu, appelé cendres, est ensuite pesé et exprimé en pourcentage de la masse initiale de l' échantillon (AOAC, 2023)

✓ **Mode opératoire**

1. Peser **2g** de madeleine finement broyée dans le creuset et déterminer la masse totale **(m1)**
2. Introduire le creuset dans un four à moufle réglé à 550 ± 25 ° C pendant 4 à 6 heures jusqu' à obtention de cendres blanches ou gris clair.

3. Retirer le creuset du four et le laisser refroidir dans un dessiccateur.
4. Peser le creuset contenant les cendres **(m2).**

La teneur en cendres, exprimée en pourcentage de matière sèche, a été calculée à l' aide de la formule suivante :

$$\text{Taux de cendres \%} = \frac{\text{m2}}{\text{m1}} \times 100$$

m1 : masse du creuset contenant l' échantillon avant calcination (g) ;

m2 : masse du creuset contenant les cendres après calcination (g).

IV.7.4. Volume spécifique

Le volume spécifique des madeleines (cm^3/g) a été déterminé selon la méthode AACC 10-05 (AACC, 2000), fondée sur le principe du déplacement des graines. Cette mesure permet d' évaluer le développement du produit ainsi que sa structure interne après cuisson.

Chaque formulation de madeleine a été pesée à l' aide d' une balance analytique, puis son volume a été déterminé par déplacement de volume dans un récipient gradué contenant un matériau granulaire. Le volume déplacé, correspondant au volume du biscuit, a été mesuré à l' aide d' une éprouvette graduée. Le volume spécifique a ensuite été calculé en rapportant le volume du biscuit à sa masse selon l' équation suivante :

$$\text{Volume spécifique } \left(\frac{\text{cm3}}{\text{g}}\right) = \text{V(cm3)} / \text{m (g)}$$

Où :

v : volume de l' excès de graines (cm^3)

m : masse du madeleine(g)

IV.8. Analyse sensorielle (test hédonique)

La qualité sensorielle des madeleines sans gluten et enrichies en poudre de pelures d' orange a été évaluée à l'aide de tests sensoriels tel que décrit par Watts et al. (1991). L'acceptabilité des différents échantillons a été déterminée au moyen d'un test hédonique utilisant une échelle à neuf points, largement employée dans les études d'évaluation sensorielle des produits alimentaires.

Les dégustateurs ont évalué plusieurs attributs sensoriels, à savoir l'apparence, la couleur, l'odeur, la texture, le goût ainsi que l'acceptabilité globale et l' intensité d' achat. Pour chaque attribut, une note comprise entre 1 et 9 a été attribuée selon le degré d'appréciation du produit, où 1 correspond à « n'aime extrêmement pas », 5 à « ni aime ni n'aime », et 9 à « aime extrêmement ».

IV.8.1. Constitution du jury de dégustation

L'acceptabilité sensorielle des madeleines a été évaluée par un panel de trente (30) sujets, âgés de 18 à 24 ans. Le jury était principalement composé d'étudiants en fin de cycle du Département des Sciences Agronomiques (Université 20 Août 1955 de Skikda, Algérie). Ces dégustateurs ont été sélectionnés pour leur état de santé général, leur hygiène dentaire et leur statut de non-fumeurs. De par leur formation académique, ils possédaient une initiation préalable à l'analyse sensorielle, complétée par une séance de formation spécifique pour harmoniser la compréhension des attributs évalués.

IV.8.2. Déroulement du test sensoriel

La séance d' évaluation sensorielle a été réalisée à 10 h 30, un horaire retenu afin de minimiser l' influence de facteurs susceptibles d' altérer les perceptions des dégustateurs, tels que la fatigue, le stress ou les variations de l' état de satiété. Les essais ont été conduits dans une salle dédiée à l' analyse sensorielle, aménagée de manière à assurer des conditions d' évaluation homogènes. Chaque dégustateur était installé individuellement afin de garantir l' autonomie des appréciations et d' éviter toute influence entre les membres du panel. L' ensemble de la séance s' est déroulé sur une durée d' environ trente minutes.

Chaque dégustateur a reçu quatre échantillons de madeleines, comprenant une formulation témoin ainsi que trois formulations enrichies en poudre de pelures d' orange à différents taux d' incorporation. Les échantillons ont été présentés de manière codée afin de garantir l' objectivité des évaluations. Les participants ont ensuite renseigné une fiche d' analyse sensorielle (Annexe X) permettant d' apprécier les différents attributs organoleptiques étudiés, notamment la couleur, l' arôme, la texture, le goût et l' acceptabilité globale des produits.

Les données recueillies ont été exprimées sous forme de moyennes ± écarts-types. Les résultats ont été soumis à une analyse de variance (ANOVA) à un facteur.

IV.9. Analyse statistique

Les résultats présentés dans ce travail correspondent à la moyenne de trois répétitions indépendantes (n=3). Les données sont exprimées sous la forme de moyenne ± écart-type**.** Le traitement initial des données a été effectué sur Microsoft Excel (2013).

Les données issues de l'évaluation sensorielle des différentes formulations de madeleines ont été traitées à l'aide du logiciel XLSTAT (version 2026.28.1.0, Addinsoft, France). Les scores attribués par les dégustateurs pour chaque attribut sensoriel ont été soumis à une analyse de variance à un facteur (ANOVA) afin d'évaluer l'effet du taux d'incorporation de la poudre de pelures d'orange sur les caractéristiques organoleptiques des produits.

Lorsque l'ANOVA révélait un effet significatif, les moyennes ont été comparées à l'aide du test post hoc de Tukey (HSD, *Honest Significant Difference*) au seuil de signification de 5 % ($p<0,05$). Les résultats sont exprimés sous forme de moyenne ± écart-type. Les moyennes suivies de lettres différentes (a, b, c, ...) diffèrent significativement entre elles, tandis que celles partageant au moins une même lettre n'indiquent aucune différence statistiquement significative au seuil retenu.

Résultats et Discussion

V. Résultats et Discussion

1. Caractéristiques physicochimiques de la poudre de pelures d`orange

La caractérisation physico-chimique représente une étape essentielle dans l' évaluation de la poudre de pelures d' orange. Elle permet d' apprécier ses propriétés intrinsèques ainsi que son potentiel d' utilisation comme ingrédient fonctionnel dans les formulations agroalimentaires. En effet, la valorisation d' un coproduit agroalimentaire en matière première à valeur ajoutée repose principalement sur la connaissance de ses caractéristiques physiques et de sa composition chimique. L' ensemble des paramètres analysés est présenté dans le Tableau 5.

Tableau 5: Caractéristiques physico chimiques de la poudre de pelures d'orange

Le paramètre	Le résultat
pH	4,65 ± 0,01
Humidité	9 ±0,453%
Taux de cendres	2.5 ± 0.1 %
Fibres (%)	7,4
Pectine (%)	14
Sucres totaux g/100g MS (%)	48g/100g MS
Sucres réducteurs g/100g MS (%)	10,5g/100g MS

V.1.1. PH

Les résultats présentés dans le Tableau 5 montrent que la poudre de pelures d' orange possède un pH de 4,65, indiquant ainsi un caractère nettement acide.

Cette acidité peut être attribuée à la présence naturelle de divers composés organiques acides caractéristiques des agrumes, notamment les acides citrique, malique et ascorbique, qui constituent les principaux acides organiques de l'orange (Legua *et al.,* 2022). Elle peut également être liée à la présence de composés phénoliques à fonction acide, tels que les acides gallique, p-hydroxybenzoïque, caféique et férulique, fréquemment identifiés dans les pelures d'agrumes (Hadi *et al.,* 2023). La contribution combinée de ces composés confère à la poudre un environnement acide susceptible d'influencer ses propriétés technologiques, sa stabilité microbiologique et son comportement lors de son incorporation dans des formulations alimentaires.

V.1.2. Humidité

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d'orange présente une teneur en humidité de 9 % et une matière sèche de 91 %. Cette faible teneur en eau témoigne de l'efficacité du procédé de séchage appliqué et traduit un niveau de déshydratation adéquat pour la conservation du produit. Les valeurs observées sont en accord avec celles rapportées dans la littérature pour des poudres d'écorces d'agrumes séchées, dont la teneur en humidité varie généralement entre 7 % et 12 % (Gul *et al.*, 2023 ; Belose *et al.*, 2021).

Une faible teneur en humidité constitue un critère de qualité important, car elle limite le développement des micro-organismes et ralentit les réactions biochimiques et enzymatiques susceptibles d'altérer le produit. Elle contribue également à améliorer la stabilité au stockage, à préserver les composés bioactifs thermosensibles et à maintenir les propriétés fonctionnelles de la poudre. Par conséquent, le niveau d'humidité enregistré dans cette étude suggère une bonne

aptitude de la poudre de pelures d' orange à la conservation et à son utilisation ultérieure comme ingrédient fonctionnel dans les formulations alimentaires.

V.1.3. Taux de cendres

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente une teneur en cendres de 2,5 %. Cette valeur est inférieure à celles rapportées par Janati et al. (2012) et Magnogo et al. (2020), qui ont observé des teneurs comprises entre 4 % et 6,26 % dans différentes poudres d' écorces d' agrumes. Toutefois, la valeur enregistrée demeure conforme aux exigences de la norme AFNOR NF V05-113 ainsi qu' aux recommandations du Codex Alimentarius, qui préconisent une teneur en cendres inférieure ou égale à 5 % pour les matières végétales sèches destinées à l' alimentation.

Les variations observées par rapport aux données de la littérature peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, notamment la variété des agrumes utilisée, la proportion d' albédo présente dans la matière première, les conditions de lavage et de préparation des écorces, ainsi que les caractéristiques pédoclimatiques et la composition minérale du sol de culture.

La teneur en cendres constitue un indicateur de la quantité totale de matières minérales présentes dans l' échantillon après incinération. Elle reflète la richesse potentielle du produit en éléments minéraux et représente un paramètre important pour l' évaluation de sa qualité nutritionnelle. Malgré une teneur relativement modérée, la poudre de pelures d' orange étudiée conserve un intérêt nutritionnel et technologique, tout en répondant aux critères de qualité requis pour son utilisation dans les formulations alimentaires.

V.1.4. Sucres totaux

La caractérisation biochimique de la poudre de pelures d' orange a révélé une teneur en sucres totaux de 48 ± 0,013 g/100 g de matière sèche (Tableau 5). Cette concentration relativement élevée met en évidence la richesse de ce coproduit en composés glucidiques solubles et confirme son potentiel comme source de nutriments énergétiques valorisables dans les formulations alimentaires.

La valeur obtenue est en accord avec les résultats rapportés par Sanchez et al. (2014), qui indiquent que la teneur en sucres totaux des écorces d' orange varie généralement entre 48,7 et 59,1 g/100 g de matière sèche, en fonction de la variété, des conditions de culture et des méthodes analytiques employées. Cette fraction glucidique est principalement constituée de saccharose, de fructose et de glucose (Rivas *et al.,* 2008 ; Grohmann *et al.,* 1995), qui représentent des sucres directement assimilables et fermentescibles.

Au-delà de ces sucres solubles, les pelures d' orange renferment également une proportion importante de polysaccharides structuraux, notamment les pectines (25 à 42 %), la cellulose (environ 22 %) et les hémicelluloses (environ 11 %) (Bicu & Mustata, 2011). Cette composition confère à la poudre des propriétés fonctionnelles intéressantes, notamment en termes de rétention d' eau, de texturation et de stabilisation des matrices alimentaires.

Ainsi, la combinaison d' une teneur élevée en sucres et d' une richesse en fibres alimentaires fait de la poudre de pelures d' orange un ingrédient fonctionnel prometteur pour le développement de produits agroalimentaires à valeur ajoutée, contribuant simultanément à l' amélioration des qualités nutritionnelles et technologiques des formulations.

V.1.5. Sucres réducteurs

Le dosage des sucres réducteurs de la poudre de pelures d' orange (PPO), réalisé par la méthode colorimétrique à l' acide 3,5-dinitrosalicylique (DNS), a révélé une teneur de 10,5 g/100 g de matière sèche. Cette valeur témoigne de la présence d' une fraction non négligeable de sucres réducteurs, principalement représentés par le glucose et le fructose. Elle demeure cohérente avec les résultats rapportés dans la littérature pour les coproduits d' agrumes. En effet, Ayala et al. (2021) ont observé des teneurs comprises entre 160 et 230 mg/g de matière sèche, soit 16 à 23 g/100 g de matière sèche, dans différentes poudres d' écorces d' orange.

La teneur relativement modérée observée dans cette étude peut s' expliquer par la composition glucidique spécifique des pelures d' orange. Bien que les agrumes soient reconnus pour leur richesse en sucres solubles, cette fraction est majoritairement constituée de saccharose, un disaccharide non réducteur, tandis que les sucres réducteurs libres (glucose et fructose) sont présents en quantités plus faibles (M' hiri *et al.* 2014). Par ailleurs, les pelures d' orange sont caractérisées par une forte proportion de polysaccharides structuraux, notamment les pectines, la cellulose et les hémicelluloses, qui contribuent davantage à la structure du tissu végétal qu' à l' accumulation de sucres simples.

Les conditions de transformation peuvent également influencer la teneur finale en sucres réducteurs. Le séchage thermique appliqué lors de la préparation de la poudre est susceptible d' entraîner une diminution partielle de ces composés en raison de leur forte réactivité chimique. En effet, lors d' une exposition prolongée à la chaleur, le glucose et le fructose peuvent participer aux réactions de Maillard en réagissant avec les groupements aminés des protéines résiduelles, ce qui conduit à leur consommation progressive et à la formation de composés de brunissement (Marín *et al.* 2007).

D’ un point de vue technologique, la présence de sucres réducteurs dans la poudre de pelures d’ orange constitue un atout pour son utilisation en formulation alimentaire. Ces composés peuvent contribuer au développement des caractéristiques organoleptiques des produits transformés, notamment la coloration et les arômes générés lors des traitements thermiques, tout en participant à la valeur énergétique globale de l’ ingrédient.

V.1.6. Pectine

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d’ orange présente une teneur en pectine de 14 %. Cette valeur confirme que les pelures d’ orange constituent une source importante de pectines, polysaccharides structuraux largement reconnus pour leurs propriétés technologiques et fonctionnelles. La teneur observée dans cette étude se situe parmi les valeurs les plus élevées généralement rapportées pour les procédés d’ extraction conventionnels.

Ce résultat est comparable à celui obtenu par Husseini et al. (2016), qui ont rapporté un rendement en pectine de 15,97 % lors d’ une extraction assistée par micro-ondes, contre seulement 8,78 % avec une extraction acide conventionnelle de courte durée. La proximité de notre valeur avec celle obtenue par une technique d’ extraction intensifiée suggère que la matière première utilisée présente un potentiel pectique particulièrement intéressant.

Les variations de la teneur en pectine rapportées dans la littérature peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, notamment la variété des agrumes, le degré de maturité des fruits, la proportion d’ albédo présente dans les pelures, ainsi que les conditions de séchage et d’ extraction appliquées. L’ albédo, qui correspond à la partie blanche interne de l’ écorce, est particulièrement riche en substances

pectiques et contribue significativement à la teneur totale en pectine des coproduits d' agrumes.

D' un point de vue technologique, cette richesse en pectine confère à la poudre de pelures d' orange un intérêt considérable pour les applications agroalimentaires. Les pectines sont reconnues pour leur capacité à retenir l' eau, à former des gels, à améliorer la texture et à stabiliser les systèmes alimentaires. Elles contribuent également à l' augmentation de la viscosité et à l' amélioration des propriétés rhéologiques des formulations. Ainsi, la teneur élevée en pectine observée dans cette étude renforce le potentiel de valorisation des pelures d' orange en tant qu' ingrédient fonctionnel à forte valeur ajoutée, tout en offrant une alternative durable pour la transformation de ce coproduit agroalimentaire.

V.1.7. Fibres

Les résultats obtenus indiquent que la poudre de pelures d' orange présente une teneur en fibres de 7,4 g/100 g de matière sèche. Bien que cette valeur soit inférieure à celle rapportée par Nuñez-Gómez et al. (2024), qui ont observé une teneur en fibres de 46,5 % dans des échantillons d' écorces d' orange, elle met néanmoins en évidence l' intérêt nutritionnel de cette poudre en tant que source de fibres alimentaires.

Les écarts observés avec les données de la littérature peuvent être attribués à plusieurs facteurs liés à la nature de la matière première et aux conditions de préparation. En particulier, la teneur en fibres dépend fortement de la proportion relative des différentes fractions de l' écorce. L' albédo, correspondant à la partie blanche interne de l' écorce, est généralement la fraction la plus riche en fibres alimentaires, notamment en pectines, cellulose et hémicelluloses. Dans notre étude, la poudre provenait principalement du résidu obtenu après extraction du jus,

composé majoritairement de flavédo et de tissus périphériques, ce qui pourrait expliquer la teneur en fibres relativement plus faible. Par ailleurs, les conditions de séchage et de broyage peuvent influencer la structure des polysaccharides pariétaux et affecter leur quantification analytique.

Malgré cette teneur modérée, la poudre de pelures d' orange demeure significativement plus riche en fibres que le fruit frais. À titre de comparaison, une orange fraîche contient en moyenne environ 2,7 g de fibres pour 100 g de produit frais (ANSES-Ciqual/Aprifel, 2024). La transformation en poudre conduit ainsi à une concentration des constituants solides et permet d' obtenir un ingrédient présentant une densité nutritionnelle supérieure.

D' un point de vue technologique et nutritionnel, cette teneur en fibres reste particulièrement intéressante pour les applications agroalimentaires. Les fibres alimentaires contribuent à améliorer la capacité de rétention d' eau, la texture et la stabilité des produits formulés, tout en participant à l' enrichissement nutritionnel des aliments. Par conséquent, la poudre de pelures d' orange étudiée peut être considérée comme un ingrédient fonctionnel susceptible d' apporter une valeur ajoutée aux produits de boulangerie et de pâtisserie, notamment dans le cadre du développement d' aliments enrichis en fibres.

V.2. Composés phénoliques et propriétés antioxydants

Les propriétés antioxydantes de la poudre de pelures d' orange ont été évaluées à travers la détermination de la teneur en polyphénols totaux, de la teneur en flavonoïdes totaux ainsi que de l' activité antioxydante mesurée par le test de piégeage du radical DPPH. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 6.

Tableau 6: Teneur en polyphénols totaux, en flavonoïdes totaux et activité antioxydant (DPPH) de la poudre de pelures d'orange

Paramètre	Résultat
Polyphénols	25 ±0,059 mg EQ/g MS
Flavonoïdes	16 ±0.001mgEQ/g MS
Pourcentage de piégeage de DPPH (ou d' inhibition) en %	81 ±0.01%

V.2.1. Polyphénols totaux

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente une teneur en polyphénols totaux de 25 ± 0,059 mg EAG/g de matière sèche. Cette valeur témoigne d' une richesse appréciable en composés phénoliques et se situe dans la partie supérieure des plages rapportées dans la littérature pour les coproduits d' orange. En effet, Oluba et al. (2018) ont rapporté des teneurs comprises entre 12,08 et 38,24 mg EAG/g de matière sèche, tandis que Khan et al. (2014) ont observé des valeurs variant de 9,6 à 31,6 mg EAG/g de matière sèche selon les variétés d' oranges étudiées. La teneur obtenue dans cette étude confirme ainsi le potentiel bioactif élevé de la poudre analysée.

La forte concentration en polyphénols observée peut être expliquée par la répartition préférentielle de ces métabolites secondaires dans les tissus externes de l' écorce, notamment le flavedo. Cette fraction constitue une barrière naturelle contre les agressions environnementales et accumule d' importantes quantités de flavanones, d' acides phénoliques et de flavonoïdes polyméthoxylés. Parmi les composés majoritaires figurent l' hespéridine, la narirutine, la nobilétine et la tangérétine, reconnues pour leurs puissantes propriétés antioxydantes et protectrices vis-à-vis des stress oxydatifs (Anagnostopoulos *et al.,* 2006). Des travaux plus récents confirment également que les pelures d' agrumes contiennent

des concentrations en composés phénoliques supérieures à celles retrouvées dans la pulpe du fruit, ce qui explique leur fort potentiel biologique (Singh *et al.,* 2020).

Les variations de la teneur en polyphénols observées entre les différentes études peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, notamment la variété botanique, le stade de maturité du fruit, les conditions pédoclimatiques, les procédés de séchage ainsi que la méthode d' extraction utilisée. Il a été démontré que les conditions de transformation influencent fortement la libération et la préservation des composés phénoliques, certaines techniques permettant même d' augmenter leur extractibilité à partir des matrices végétales (Alasalvar *et al.,* 2023).

D' un point de vue fonctionnel, cette richesse en polyphénols constitue un atout majeur pour la valorisation agroalimentaire des pelures d' orange. Les composés phénoliques sont largement reconnus pour leurs activités antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes, ainsi que pour leur capacité à retarder les phénomènes d' oxydation des lipides et des pigments dans les aliments. L' hespéridine, principal flavonoïde des écorces d' orange, a notamment fait l' objet de nombreuses études mettant en évidence son rôle dans la neutralisation des espèces réactives de l' oxygène et dans la protection contre diverses altérations oxydatives (Pyrzynsk, 2022).

Par conséquent, la teneur élevée en polyphénols enregistrée dans cette étude confère à la poudre de pelures d' orange un potentiel considérable en tant qu' ingrédient fonctionnel naturel. Son incorporation dans les produits de boulangerie et de pâtisserie pourrait contribuer à améliorer leur valeur nutritionnelle, leur stabilité oxydative et leurs propriétés fonctionnelles, tout en participant à la valorisation durable d' un coproduit agroalimentaire abondamment généré par l' industrie des jus d' agrumes. Les résultats obtenus soutiennent ainsi l' intérêt croissant porté

aux pelures d' orange comme source durable de molécules bioactives destinées au développement d' aliments à haute valeur ajoutée (Singh *et al.,* 2020).

V.2.2. Taux de flavonoïdes

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente une teneur en flavonoïdes totaux de 16 mg EQ/g de matière sèche. Cette valeur met en évidence la richesse de ce coproduit en composés flavonoïques et confirme le potentiel bioactif élevé des pelures d' orange. Les flavonoïdes constituent l' une des principales classes de composés phénoliques présentes dans les agrumes et sont largement reconnus pour leurs propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes.

La teneur enregistrée dans cette étude est cohérente avec les valeurs rapportées dans la littérature pour les écorces d' agrumes. M' hiri et al. (2015) ont notamment observé des concentrations comprises entre 10 et 17 mg EQ/g de matière sèche dans des écorces d' oranges douces méditerranéennes obtenues par extraction conventionnelle. De même, plusieurs travaux récents confirment que les pelures d' orange représentent l' une des fractions du fruit les plus riches en flavonoïdes, avec des teneurs nettement supérieures à celles de la pulpe ou du jus (Singh *et al.,* 2020).

Cette richesse en flavonoïdes s' explique principalement par l' accumulation de métabolites secondaires dans les tissus externes de l' écorce, en particulier dans le flavedo. Les composés majoritaires identifiés dans les pelures d' orange sont l' hespéridine, la narirutine, la naringine, la nobilétine et la tangérétine, qui jouent un rôle essentiel dans les mécanismes de défense du fruit contre les agressions environnementales et le stress oxydatif (Anagnostopoulos *et al.,* 2006). Ces molécules sont reconnues pour leur capacité à neutraliser les

radicaux libres, à chélater certains ions métalliques pro-oxydants et à inhiber les réactions d' oxydation responsables de l' altération des systèmes biologiques et alimentaires.

Les variations observées entre les différentes études peuvent être attribuées à plusieurs facteurs, notamment la variété des agrumes, le stade de maturité des fruits, les conditions pédoclimatiques, ainsi que les procédés de séchage et d' extraction appliqués. Il a été démontré que les traitements technologiques influencent fortement la stabilité et l' extractibilité des flavonoïdes, certains procédés favorisant leur libération à partir de la matrice végétale tout en limitant leur dégradation (Pyrzynska, 2022 ; Alasalvar *et al.,* 2023).

D' un point de vue appliqué, la teneur élevée en flavonoïdes observée dans cette étude confère à la poudre de pelures d' orange un intérêt particulier pour le développement d' aliments fonctionnels. En synergie avec les autres composés phénoliques présents dans la matrice, ces molécules contribuent à l' activité antioxydante globale de la poudre et peuvent améliorer la stabilité oxydative des produits alimentaires. Par conséquent, la valorisation des pelures d' orange sous forme de poudre représente une stratégie prometteuse pour l' enrichissement nutritionnel des produits de boulangerie et de pâtisserie, tout en favorisant une gestion durable des coproduits issus de l' industrie des agrumes.

V.2.3. Activité antioxydante (Pourcentage de piégeage DPPH)

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente une activité antioxydante élevée, avec un pourcentage d' inhibition de 81 %. Cette valeur témoigne d' un important potentiel antiradicalaire et confirme que les pelures d' orange constituent une source naturelle particulièrement riche en composés bioactifs capables de neutraliser les radicaux libres.

Cette activité antioxydante peut être principalement attribuée à la richesse des pelures d' orange en métabolites secondaires, notamment en composés phénoliques, flavonoïdes et autres substances antioxydantes naturellement présentes dans les agrumes. Ces molécules possèdent la capacité de céder des électrons ou des atomes d' hydrogène aux espèces réactives de l' oxygène, limitant ainsi les phénomènes d' oxydation. Les flavonoïdes caractéristiques des agrumes, tels que l' hespéridine, la narirutine et les dérivés de l' acide phénolique, sont particulièrement reconnus pour leur contribution significative à l' activité antioxydante des écorces.

Les résultats obtenus sont en accord avec ceux rapportés par Safdar et al. (2017), qui ont observé des activités antioxydantes comprises entre 70 % et 85 % dans différents extraits d' écorces d' orange. Cette similitude confirme que les procédés de préparation appliqués dans cette étude ont permis de préserver une proportion importante des composés bioactifs responsables de l' activité antiradicalaire.

D' un point de vue technologique et nutritionnel, cette forte activité antioxydante confère à la poudre de pelures d' orange un intérêt particulier pour les applications agroalimentaires. Son incorporation dans les formulations alimentaires pourrait contribuer à améliorer la stabilité oxydative des produits, à limiter les phénomènes de dégradation lipidique et à enrichir leur valeur fonctionnelle. Ainsi, la poudre de pelures d' orange apparaît comme un ingrédient naturel prometteur pour le développement d' aliments à valeur ajoutée, répondant à la demande croissante des consommateurs pour des produits enrichis en composés bioactifs d' origine naturelle.

V.3. Caractéristiques techno-fonctionnelles

Les propriétés techno-fonctionnelles constituent des paramètres essentiels pour évaluer l' aptitude d' un ingrédient à être incorporé dans des formulations alimentaires. Elles traduisent le comportement des différents constituants de la poudre de pelures d' orange lors de leurs interactions avec l' eau, les lipides et les autres composants de la matrice alimentaire au cours des opérations de transformation, de cuisson et de stockage.

L' étude de ces propriétés est particulièrement importante dans une démarche de valorisation agroalimentaire, car elle permet d' apprécier le potentiel de la poudre en tant qu' ingrédient fonctionnel naturel susceptible d' améliorer la qualité technologique des produits formulés. Les caractéristiques évaluées dans cette étude concernent principalement la capacité de rétention d' eau (CRE), la capacité de rétention d' huile (CRH), les propriétés émulsifiantes ainsi que les propriétés moussantes. Ces paramètres influencent directement la texture, la stabilité, le rendement, la sensation en bouche et la durée de conservation des produits alimentaires, et constituent ainsi des indicateurs pertinents pour prédire le comportement de la poudre dans différentes applications agroalimentaires (Alam *et al.,* 2023 ; Badia-Olmos *et al.,* 2024).

Tableau 7:Les caractéristiques technos fonctionnelles de la poudre d'écorce d'orange

Le paramètre	**Le résultat**
La capacité de rétention d`eau	0,425g/g
La capacité de rétention d`huile	0,53g/g
La capacité émulsifiante	57%
Gonflement	0%

V.3.1. La capacité de rétention d' eau (CRE)

Les résultats obtenus indiquent que la poudre de pelures d' orange présente une capacité de rétention d' eau (CRE) de 0,425 g d' eau/g de matière sèche. Cette valeur est inférieure à celles généralement rapportées dans la littérature pour les sous-produits d' agrumes, dont la CRE varie habituellement entre 1,5 et 5,2 g d' eau/g de matière sèche (Peron ***et al*** 2008).

Cette faible capacité de rétention peut être attribuée à plusieurs facteurs. La granulométrie relativement fine de la poudre pourrait avoir réduit la porosité interparticulaire, limitant ainsi le piégeage de l' eau par capillarité. De plus, le procédé de séchage appliqué est susceptible d' avoir entraîné une compaction de la structure cellulaire, diminuant l' accessibilité des sites de fixation de l' eau.

La capacité de rétention d' eau est étroitement liée à la composition biochimique de la matrice végétale, notamment à sa teneur en fibres alimentaires, en pectines et en cellulose. Ces macromolécules possèdent de nombreux groupements hydrophiles, tels que les fonctions hydroxyles et carboxyles, capables d' interagir avec les molécules d' eau par la formation de liaisons hydrogène. Ainsi, malgré la valeur relativement modérée observée, ce paramètre influence directement les caractéristiques rhéologiques des pâtes ainsi que la texture, le rendement et la qualité des produits de boulangerie et de biscuiterie sans gluten (Alam *et al.,*

2023).

V.3.2. La capacité de rétention d' huile (CRH)

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente une capacité de rétention d' huile (CRH) de 0,53 g/g. Cette propriété repose

principalement sur le piégeage physique des lipides au sein des microcavités et des espaces capillaires de la matrice fibreuse.

La valeur enregistrée est inférieure à celles généralement rapportées dans la littérature pour les coproduits végétaux riches en fibres, où la CRH varie habituellement entre 1,0 et 3,0 g/g (Moraes *et al.*2015). Cette faible capacité de rétention pourrait être attribuée à la finesse de la granulométrie obtenue après broyage ainsi qu' aux conditions de séchage appliquées, qui auraient entraîné une compaction de la structure cellulaire et une réduction de la porosité de la poudre, limitant ainsi les sites disponibles pour l' adsorption et le piégeage des lipides.

D' un point de vue technologique, bien qu' elle soit relativement faible, cette capacité de rétention d' huile peut constituer un avantage dans certaines applications agroalimentaires. En effet, elle permet de limiter l' absorption excessive de matières grasses lors de la transformation ou de la cuisson, ce qui favorise le développement de produits à teneur réduite en lipides tout en conservant des caractéristiques.

V.3.3. La capacité émulsifiante

Les résultats obtenus montrent que la capacité émulsifiante (CE) de la poudre de pelures d' orange atteint 57,14 %. Cette valeur peut être considérée comme élevée pour un coproduit végétal peu transformé et témoigne de la bonne aptitude de la poudre à participer à la formation et à la stabilisation des émulsions.

Il est particulièrement intéressant de noter que cette forte capacité émulsifiante contraste avec les faibles valeurs de capacité de rétention d' eau (0,425 g/g) et de capacité de rétention d' huile (0,53 g/g) observées précédemment. Cette différence s' explique par les mécanismes impliqués dans chacune de ces propriétés. Alors que la rétention d' eau et d' huile dépend principalement de la porosité et de l' intégrité de la structure fibreuse de la matrice, la capacité émulsifiante est davantage liée à la présence de composés de surface capables de s' adsorber à l' interface eau-huile, tels que certaines protéines, pectines et fibres solubles. Ces constituants réduisent la tension interfaciale et favorisent la formation d' émulsions stables.

La valeur obtenue est en accord avec les données rapportées dans la littérature, où les capacités émulsifiantes des poudres issues de coproduits d' agrumes se situent généralement entre 45 % et 60 % **(Lario *et al,* 2005** ; **Garau *et al2007,*).** Ainsi, la poudre de pelures d' orange étudiée se positionne dans la limite supérieure de cette plage, ce qui confirme son potentiel technologique pour une utilisation dans diverses formulations alimentaires nécessitant des propriétés émulsifiantes, notamment les produits de boulangerie, de pâtisserie et certaines préparations émulsionnées.

V.3.4. La capacité de gonflement

Les résultats obtenus montrent que la poudre de pelures d' orange présente un indice de gonflement nul (0 %). Cette observation contraste avec les données généralement rapportées dans la littérature pour les coproduits d' agrumes, lesquels possèdent habituellement une certaine capacité de gonflement en raison de leur richesse en polysaccharides hydrophiles, notamment les pectines, les hémicelluloses et la cellulose (Garau *et al.,* 2007 ; Wang *et al.,* 2021).

L' absence totale de gonflement observée dans cette étude peut être attribuée aux conditions de transformation appliquées lors de la préparation de la poudre. En effet, plusieurs travaux ont montré que les traitements thermiques prolongés peuvent provoquer une modification profonde de l' architecture des fibres végétales, entraînant une rigidification de la matrice cellulosique et une dégradation partielle des substances pectiques. Ces phénomènes réduisent la porosité du matériau et limitent sa capacité à absorber et retenir l' eau au sein de sa structure (Adhikari, 2017 ; Adel *et al.,* 2019).

Par ailleurs, la réduction importante de la taille des particules lors du broyage pourrait également avoir contribué à cette faible aptitude au gonflement. Selon Liu et al. (2016), le broyage ultrafin modifie les propriétés physicochimiques des fibres végétales en réduisant leur structure poreuse et en altérant l' accessibilité de certains groupements fonctionnels hydrophiles. Des observations similaires ont été rapportées par Fattouche et Chahrazed (2023), qui ont montré que les modifications structurales de surface induites par les traitements mécaniques ou physicochimiques peuvent limiter les interactions entre les fibres et l' eau. La diminution de l' accessibilité des groupements hydroxyles réduit alors l' hydratation de la matrice et empêche son expansion volumique.

Ainsi, malgré la présence de composés pariétaux potentiellement hydrophiles, l' absence de gonflement observée suggère que les traitements technologiques

appliqués ont fortement modifié l' organisation structurale de la poudre. Ce comportement peut influencer certaines propriétés fonctionnelles du produit, notamment sa capacité d' hydratation et son aptitude à modifier la texture des matrices alimentaires dans lesquelles il est incorporé.

V.4. Détermination des caractéristiques chromatiques de la poudre

Le tableau 8 regroupe les paramètres colorimétriques de de la poudre de la poudre de pelures d' orange

Tableau 8: Paramétres colorimétrique de la poudre d'orange

	Clarté (L*)	**Indice de rouge (a*)**	**Indice de jaune (b*)**
Poudre	60,6	21,3	55,2

L' évaluation colorimétrique de la poudre de pelures d' orange a été réalisée selon le système CIELAB, largement utilisé en sciences alimentaires pour la caractérisation objective de la couleur. Les valeurs obtenues sont de L* = 60,6, a* = 21,3 et b* = 55,2, traduisant une couleur jaune-orangée intense caractéristique des pelures d' orange séchées.

La valeur de clarté (L = 60,6*) indique une poudre modérément claire. Ce résultat suggère que le procédé de séchage n' a pas induit un brunissement excessif de la matière première, tout en conservant les caractéristiques chromatiques naturelles de l' écorce. Cette valeur est relativement proche de celle rapportée par Kute et al. (2019), qui ont observé un indice L* de 66,26 pour une poudre d' écorce d' orange obtenue dans des conditions optimales de séchage.

La légère diminution de la clarté observée dans notre étude peut être liée à la concentration des pigments naturels au cours de la déshydratation ainsi qu' à de faibles réactions de brunissement non enzymatique.

L’ indice de rouge (a = 21,3*) présente une valeur positive élevée, indiquant une nette orientation de la couleur vers les tonalités rouge-orangé. Cette caractéristique est principalement attribuée à la présence et à la concentration des caroténoïdes naturellement présents dans les pelures d’ orange, notamment le β-carotène et la β-cryptoxanthine. Selon Teixeira et al. (2020), la déshydratation des écorces entraîne une concentration de ces pigments liposolubles, ce qui se traduit par une augmentation des valeurs de a* et une intensification des teintes orangées.

L’ indice de jaune (b = 55,2*) constitue la composante chromatique dominante de l’ échantillon. Cette valeur élevée témoigne de la forte présence de pigments jaunes et orangés caractéristiques des agrumes. Elle suggère également une proportion importante de flavedo dans la poudre obtenue. Le flavedo, correspondant à la couche externe colorée de pelures d’ oranges, est particulièrement riche en caroténoïdes, en huiles essentielles et en composés phénoliques. Des travaux récents ont montré que l’ augmentation de la proportion de flavedo dans les poudres d’ agrumes se traduit généralement par une augmentation des indices a* et b* ainsi qu’ une diminution relative de la clarté (Yazicioglu & Siyasal, 2024).

Dans l’ ensemble, le profil colorimétrique observé confirme que la poudre produite a conservé les caractéristiques visuelles typiques des pelures d’ orange. Cette couleur jaune-orangée intense constitue un indicateur indirect de la préservation des pigments bioactifs naturellement présents dans l’ écorce et représente un atout technologique pour son utilisation comme ingrédient fonctionnel et colorant naturel dans les formulations alimentaires.

V.5. Caractéristiques des madeleines sans gluten enrichis en poudre de pelures d' orange

L' évaluation des madeleines formulées repose sur une approche globale intégrant des analyses physiques, physicochimiques et sensorielles. Les caractérisations physiques et technologiques permettent d' apprécier l' influence de l' incorporation de la poudre de pelures d' orange sur les propriétés structurelles du produit, notamment le volume spécifique, la texture et l' aspect général des madeleines. Les analyses physicochimiques et nutritionnelles visent quant à elles à évaluer l' impact de l' enrichissement sur la composition du produit, en particulier sa teneur en fibres alimentaires, en composés phénoliques et en substances antioxydantes conservées après cuisson.

Tableau 9: Caractéristiques physicochimiques des différentes formulations de madeleines

Paramètre	T0	T10	T15	T20
pH	8,5	7,8	7,5	7,1
Humidité	24%	20%	19%	18%
Taux de cendres	0,2%	0,99%	1%	1,5%
Volume spécifique	3,01	2,28	2,26	2,33

V.5.1 Le pH

Les résultats présentés dans le Tableau 8 montrent que la madeleine témoin possède un pH de 8,5, indiquant un caractère alcalin relativement marqué. Cette valeur peut être attribuée à la présence de levure chimique dans la formulation, dont

le bicarbonate de sodium constitue l' un des principaux agents levants. Lors de la cuisson, une partie de ce composé peut subsister dans le produit final et contribuer à l' augmentation du pH.

Cette observation est cohérente avec les travaux de Conforti (2014), qui ont rapporté que les produits de pâtisserie formulés avec des agents levants à base de bicarbonate ou de carbonate de sodium présentent généralement un pH compris entre 8,2 et 8,7 après cuisson.

L' incorporation progressive de poudre de pelures d' orange a entraîné une diminution significative du pH des madeleines, passant de 8,5 pour le témoin à 7,8, 7,5 et 7,1 pour les formulations contenant respectivement 10 %, 15 % et 20 % de poudre. Cette évolution met en évidence un effet acidifiant dépendant du taux d' incorporation, conduisant progressivement le produit vers des valeurs proches de la neutralité. Des tendances similaires ont été observées dans les produits de boulangerie enrichis en ingrédients végétaux riches en acides organiques (Heenan *et al.*, 2008).

La réduction du pH observée peut être expliquée par la composition chimique des pelures d' orange, naturellement riches en acides organiques, notamment l' acide citrique, qui constitue l' acide majoritaire des agrumes, ainsi que l' acide malique présent en plus faible proportion. Lors de la préparation de la pâte, ces composés libèrent des ions hydrogène (H^+), ce qui contribue à neutraliser partiellement l' alcalinité induite par le bicarbonate de sodium et entraîne une diminution progressive du pH (Mahato *et al.*, 2019).

D' un point de vue technologique, cette acidification peut s' avérer bénéfique, car elle favorise l' équilibre gustatif du produit, améliore certaines réactions de développement des arômes et peut contribuer à la stabilité

microbiologique des madeleines. Les résultats obtenus montrent ainsi que la poudre de pelures d' orange agit non seulement comme un ingrédient d' enrichissement nutritionnel, mais également comme un modificateur naturel des propriétés physicochimiques du produit fini.

V.5.2 Taux d`humidité

Les résultats obtenus montrent une diminution progressive de la teneur en humidité des madeleines avec l' augmentation du taux d' incorporation de poudre de pelures d' orange. En effet, l' humidité passe de 24 % pour la formulation témoin à 18 % pour la formulation contenant 20 % de poudre de pelures d' orange, traduisant un effet significatif de l' enrichissement sur la teneur en eau du produit fini.

Cette réduction peut être expliquée, en premier lieu, par l' effet de substitution partielle des farines de base par une poudre préalablement déshydratée, dont la teneur en eau est nettement plus faible que celle de la matrice initiale (Magda *et al.*, 2018). Ainsi, l' augmentation de la proportion de poudre incorporée contribue mécaniquement à diminuer l' humidité globale des madeleines après cuisson.

Par ailleurs, cette évolution est étroitement liée à la composition biochimique de la poudre de pelures d' orange, caractérisée par sa richesse en fibres alimentaires, notamment en substances pectiques. Selon Moraes et al. (2013), ces polysaccharides possèdent une forte affinité pour l' eau et modifient sa répartition au sein de la pâte. Les fibres entrent ainsi en compétition avec les autres constituants de la formulation pour l' eau disponible, ce qui influence les mécanismes d' hydratation de la matrice et les phénomènes de gélatinisation de l' amidon lors de la cuisson (O' Shea et al., 2012). Cette redistribution de l' eau

peut favoriser son évaporation pendant le traitement thermique et conduire à une diminution de l' humidité résiduelle du produit final. Cela peut restreindre la gélatinisation des amidons lors de la cuisson et conduire à un produit final affichant une humidité globale plus faible. Une humidité plus basse est un excellent facteur pour prolonger la conservation microbiologique de produit.

V.5.3 Le taux de cendres

Les résultats présentés dans le Tableau 08 mettent en évidence une augmentation significative de la teneur en cendres des madeleines avec l' accroissement du taux d' incorporation de poudre de pelures d' orange. En effet, cette teneur passe de 0,20 % pour la formulation témoin à 1,50 % pour la formulation contenant 20 % de poudre de pelures d' orange, traduisant un enrichissement minéral progressif du produit fini.

La faible teneur en cendres observée dans la madeleine témoin est caractéristique des produits sans gluten élaborés à partir de farines raffinées de riz et de maïs, généralement pauvres en éléments minéraux en raison de l' élimination des fractions externes du grain lors du raffinage (Horstmann *et al.*, 2017). En revanche, l' augmentation enregistrée dans les formulations enrichies est directement attribuable à l' apport minéral de la poudre de pelures d' orange, reconnue pour sa richesse en macroéléments et oligoéléments tels que le calcium, le potassium, le magnésium et le phosphore.

L' évolution observée suit une tendance dose-dépendante, indiquant que l' incorporation croissante de poudre de pelures d' orange contribue efficacement à l' amélioration de la valeur nutritionnelle des madeleines. Des résultats similaires ont été rapportés par Magda et al. (2018), qui ont mis en évidence une augmentation significative de la teneur en cendres dans des produits de biscuiterie enrichis en coproduits de fruits riches en matières minérales.

D' un point de vue nutritionnel, cette augmentation de la teneur en cendres constitue un indicateur indirect de l' enrichissement du produit en éléments minéraux essentiels. Ainsi, l' utilisation de poudre de pelures d' orange ne contribue pas uniquement à la valorisation d' un coproduit agroalimentaire, mais permet également d' améliorer la densité nutritionnelle des madeleines sans gluten, souvent déficitaires en micronutriments par rapport aux produits céréaliers conventionnels.

V.5.4 Le volume spécifique

Les résultats obtenus montrent que le volume spécifique des madeleines diminue avec l' augmentation du taux d' incorporation de poudre de pelures d' orange. Les valeurs enregistrées sont respectivement de 3,00 cm^3/g pour la formulation témoin, 2,28 cm^3/g pour la formulation contenant 10 % de poudre, 2,26 cm^3/g pour celle à 15 %, et 2,33 cm^3/g pour la formulation enrichie à 20 %.

Comparativement au témoin, l' incorporation de 10 % de poudre de pelures d' orange entraîne une réduction marquée du volume spécifique, de l' ordre de 24 %, suivie d' une légère diminution supplémentaire à 15 % d' incorporation. Une faible remontée est observée pour la formulation à 20 %, mais les valeurs demeurent nettement inférieures à celle du témoin. Cette tendance traduit un effet significatif de la poudre de pelures d' orange sur le développement de la structure interne des madeleines au cours de la cuisson.

Cette diminution du volume spécifique peut être attribuée principalement à l' enrichissement progressif des madeleines en fibres de la poudre de pelures d' orange. Les fibres, notamment la cellulose, les hémicelluloses et les substances pectiques, possèdent une importante capacité d' absorption de l' eau et entrent en compétition avec l' amidon pour l' eau disponible dans la pâte. Cette compétition

modifie les propriétés rhéologiques du système en augmentant sa viscosité et en limitant l' expansion des cellules gazeuses générées par l' action de la levure chimique lors de la cuisson (Han, Zhang et Cao, 2020).

Par ailleurs, la présence de particules fibreuses peut perturber la continuité de la matrice amidonnière responsable de la rétention des gaz, conduisant à la formation d' une structure plus compacte et moins aérée. Des observations similaires ont été rapportées par Zaker et al. (2017), qui ont montré que l' incorporation de coproduits d' agrumes dans des produits de pâtisserie réduit généralement le volume spécifique en raison de l' effet structurant des fibres et de la modification des propriétés de la pâte.

Néanmoins, malgré cette diminution du volume spécifique, les valeurs obtenues demeurent compatibles avec les caractéristiques attendues pour des produits de pâtisserie enrichis en fibres. La légère augmentation observée à 20 % d' incorporation pourrait résulter d' une meilleure répartition des particules de poudre dans la matrice ou d' un effet compensateur lié aux composés pectiques présents dans les pelures d' orange, qui peuvent contribuer à stabiliser partiellement la structure alvéolaire du produit.

Ces résultats confirment ainsi que l' enrichissement des madeleines en poudre de pelures d' orange améliore leur valeur nutritionnelle, mais s' accompagne d' une réduction du volume spécifique, phénomène fréquemment observé lors de l' incorporation d' ingrédients riches en fibres dans les produits de boulangerie et de pâtisserie.

V.6. Résultats de l' analyse sensorielle des madeleines (Test hédonique)

Le test hédonique a été réalisé afin d' évaluer l' impact de l' incorporation de poudre depelures d' orange sur l' acceptabilité sensorielle des madeleines sans gluten et de mettre en

enrichies à différents taux d' incorporation. Cette évaluation a également permis d' établir le profil sensoriel des différents produits à travers l' appréciation de plusieurs attributs organoleptiques tels que la couleur, l' arôme, le goût, la texture et l' acceptabilité globale.

Les résultats de l' évaluation sensorielle des madeleines témoins et des madeleines enrichies en poudre de pelures d' orange sont présentés dans le Tableau 10.

Tableau 10:Résultats de l'analyse sensorielle des différentes formulations des madeleines

	Couleur	**Note orange**	**Intensité Des aromes**	**Intensité De gout**	**Equilibre sucré / amère**	**Arrière-gout (sensation orange)**	**Aération**	**Acceptabilité globale**	**Intensité d' achat**
F0	6,138 ± 0,204^{a}	0,000^{c} ±0,229	7,400^{b}	2,276 ±0,303^{b}	7,586 ± 0,308^{a}	2,793 ±0,335^{b}	4,379 ±0,251^{b}	5,759 ±0,293^{c}	4,690 ±0,379^{b}
F10	7.433 ±0.200	6,333 ± 0,225^{b}	5,933^{a}	6,700 ± 0,298^{a}	6,567 ±0,303^{a}	6,400 ±0,329^{a}	7,400 ±0,247^{a}	7,233 ±0,288^{ab}	6,867 ±0,373^{a}

F15	7,267 ± 0,200^{a}	7,233 ± 0,225^{a}	7,167^{a}	7,267 ±0,298^{a}	7,100 ±0,303^{a}	7,300 ±0,329^{a}	7,333 ±0,247^{a}	7,467 ±0,288^{a}	7,333 ±0,373^{a}
F20	7.433 ± 0.200^{a}	7,900 ± 0,225^{a}	3,034^{a}	7,033 ±0,298^{a}	6,933 ±0,303^{a}	7,567 ±0,329^{a}	6,567 ±0,247^{a}	6,200 ±0,288^{bc}	5,467 ±0,373^{b}
P-value globale	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,131	<0,0001	<0,05	<0,05	<0,05
Effet significatif ?	Oui	oui	oui	oui	non	oui	oui	oui	Oui

L' analyse sensorielle des différentes formulations de madeleines sans gluten enrichies en poudre de pelures d' orange (F0, F10, F15 et F20) a permis d' évaluer l' influence du taux d' incorporation sur les caractéristiques organoleptiques du produit fini, notamment la couleur, l' arôme, le goût, la texture, l' acceptabilité globale ainsi que l' intention d' achat.

Les données obtenues ont été traitées statistiquement par une analyse de variance à un facteur (ANOVA), permettant de mettre en évidence un effet hautement significatif du taux d' enrichissement sur la majorité des attributs sensoriels évalués ($p<0,0001$). En revanche, l' attribut relatif à l' équilibre sucre/amertume n' a pas présenté de différence significative entre les formulations ($p>0,05$), traduisant une perception homogène de ce critère par le panel.

La comparaison multiple des moyennes réalisée par le test de Tukey HSD (seuil de 5 %) a permis de discriminer des groupes statistiques distincts entre les formulations, confirmant l' existence de différences significatives liées au niveau d' incorporation de la poudre de pelures d' orange. Ces résultats mettent en évidence une modification progressive du profil sensoriel des madeleines en

fonction du taux d' enrichissement, soulignant l' impact technologique et organoleptique de cet ingrédient fonctionnel.

V.6.1. Couleur

Concernant l' attribut « couleur », les résultats ont mis en évidence une différence hautement significative entre les formulations ($p<0,0001$). La madeleine témoin (F0) présente la note la plus faible (0,138 ± 0,204 ; groupe B), traduisant une faible appréciation visuelle par le panel.

En revanche, les formulations enrichies F10 (7,433 ± 0,200), F15 (7,267 ± 0,200) et F20 (7,433 ± 0,200) appartiennent au même groupe statistique (groupe A) et présentent des scores significativement supérieurs à ceux du témoin. Cette amélioration de l' acceptabilité visuelle peut être attribuée à l' incorporation de poudre de pelures d' orange, riche en pigments naturels, notamment les caroténoïdes, qui contribuent à l' intensification et à l' harmonisation de la teinte des madeleines, les rendant plus attractives pour les dégustateurs.

Par ailleurs, la présence de sucres réducteurs dans la poudre de pelures d' orange peut également avoir favorisé les réactions de Maillard au cours de la cuisson, contribuant ainsi au développement d' une coloration plus prononcée et plus appréciée. Ce phénomène a été largement décrit dans la littérature, notamment par Larre et al. (2005), qui soulignent le rôle déterminant des composés réducteurs dans l' intensification de la coloration des produits de boulangerie

V.6.2. La note d' orange

L' effet du taux d' incorporation s' est révélé hautement significatif ($p<0,0001$) sur l' attribut « arôme ». La formulation F20 a obtenu la note la plus élevée (7,200 ± 0,225 ; groupe A), suivie de F15 (7,33 ± 0,225 ; groupe A), tandis que F10 présente une appréciation intermédiaire (6,333 ± 0,225 ; groupe B). La

formulation témoin F0 a enregistré la valeur la plus faible (0,000 ± 0,229 ; groupe C), traduisant une absence quasi totale de perception aromatique spécifique liée aux agrumes.

Cette amélioration progressive de l' intensité aromatique peut être attribuée à l' incorporation croissante de poudre de pelures d' orange, riche en composés volatils caractéristiques des agrumes, notamment les huiles essentielles telles que le d-limonène. Ces composés contribuent de manière significative à l' expression de notes olfactives typiques d' orange, renforçant ainsi la perception sensorielle globale du produit et améliorant son profil aromatique auprès des dégustateurs

V.6.3. Intensité des arômes

L' intensité aromatique a été significativement influencée par les formulations étudiées (P<0,0001. Les formulations enrichies en poudre de pelures d' orange F10 (5,933) et F15 (7,167) ont présenté des scores supérieurs à ceux de la formulation témoin F0 (7,400), traduisant une amélioration globale de la perception aromatique. Cette évolution peut être attribuée à la richesse des pelures d' orange en composés volatils, notamment les huiles essentielles, qui contribuent à l' expression des notes caractéristiques d' agrumes appréciées par les dégustateurs.

En revanche, une diminution marquée de l' intensité aromatique a été observée pour la formulation F20 (3,034). Ce phénomène peut s' expliquer, sur le plan physicochimique, par l' augmentation de la teneur en fibres insolubles à ce niveau d' incorporation, lesquelles peuvent adsorber et retenir une partie des composés volatils, limitant ainsi leur libération au cours de la dégustation. Des mécanismes similaires ont été rapportés dans la littérature, où une forte matrice

fibreuse est susceptible de réduire la disponibilité des arômes lors de la consommation (Sinuco *et al.*, 2010 ; Gómez *et al.*, 2010)

V.6.4. L' intensité de gout

Les résultats révèlent également des différences hautement significatives entre les formulations étudiées (P<0,0001. Les formulations enrichies T10 (6,700 ± 0,298), F15 (7,267 ± 0,298) et F20 (7,033 ± 0,298) appartiennent au même groupe statistique (groupe A) et présentent des valeurs significativement supérieures à celles de la formulation témoin F0 (2,276 ± 0,303).

Cette amélioration traduit l' impact positif de l' incorporation de la poudre de pelures d' orange sur la perception en bouche, en contribuant à une meilleure appréciation globale des madeleines. L' enrichissement de la matrice alimentaire semble ainsi améliorer les caractéristiques sensorielles liées à la dégustation, notamment la texture et la sensation globale en bouche.

V.6.5. L' arrière-gout

Les résultats mettent en évidence des différences hautement significatives entre les formulations (P<0,0001. La formulation enrichie F10 (6,400 ± 0,329) a obtenu des scores sensiblement supérieurs à ceux de la formulation témoin F0 (2,793 ± 0,335), traduisant une amélioration nette de l' appréciation sensorielle.

Cette amélioration peut s' expliquer par la persistance des composés aromatiques issus des pelures d' orange et leur forte affinité avec la matrice lipidique du produit. En effet, la phase grasse favorise la rétention et la libération progressive des molécules lipophiles, notamment le d-limonène, ce qui prolonge la perception aromatique en bouche. Des mécanismes similaires ont été décrits par Salvador et al. (2009) ainsi que Guichard (2002), qui soulignent le rôle de la fraction

lipidique dans la modulation de la libération des composés volatils au cours de la dégustation.

V.6.6. Équilibre sucre/amère

Concernant l' attribut « équilibre sucré/amertume », les résultats statistiques n' ont pas montré d' effet significatif du taux d' incorporation. Malgré les variations observées entre les moyennes, l' ensemble des formulations appartient au même groupe homogène (groupe A), indiquant que l' ajout de poudre de pelures d' orange n' a pas modifié de manière perceptible cet équilibre sensoriel. Les scores de satisfaction restent globalement stables, variant de 6,567 ± 0,303 pour F10 à 7,586 ± 0,308 pour la formulation témoin F0. Aucun niveau d' amertume détectable n' a été rapporté, y compris pour la formulation la plus enrichie (F20).

Cette stabilité peut s' expliquer par plusieurs mécanismes physicochimiques. En premier lieu, la poudre utilisée n' est pas constituée uniquement de flavedo riche en composés amers, mais comprend également des fractions de pulpe (endocarpe), apportant des sucres solubles naturels tels que le fructose, le glucose et le saccharose, ainsi que des acides organiques, notamment l' acide citrique. Cette composition mixte pourrait générer un équilibre gustatif préalable à l' incorporation dans la matrice de pâte. En bouche, ces sucres intrinsèques, associés au saccharose de la formulation de base, contribuent à augmenter le seuil de perception de l' amertume en modulant la réponse des récepteurs gustatifs (TAS2R), conformément aux observations de Keast et Breslin (2002), où les interactions sucre-amertume réduisent significativement l' intensité perçue de l' amertume.

En second lieu, lors de la cuisson, la gélatinisation de l' amidon issu des farines de riz et de maïs conduit à la formation d' un réseau tridimensionnel de type

hydrocolloïde. Ce réseau peut piéger une partie des composés amers hydrophobes présents dans la pelure d' orange, tels que les flavonoïdes et les limonoïdes, limitant ainsi leur libération dans la phase salivaire au cours de la mastication. Ce phénomène de masquage gustatif a été largement décrit dans les matrices riches en fibres incorporées dans les produits de boulangerie et de pâtisserie (O' Shea et al., 2012), expliquant l' absence d' amertume perceptible malgré l' augmentation du taux d' incorporation.

V.6.7. Aération

L' analyse de variance met en évidence un effet hautement significatif du taux d' enrichissement sur le volume spécifique des madeleines ($p<0,05$). Les formulations incorporant la poudre de pelures d' orange présentent des différences nettes par rapport au témoin, avec des valeurs significativement plus élevées pour F10 (7,400 ± 0,247) et F15 (7,333 ± 0,247) comparativement à F0 (4,379 ± 0,251).

Sur le plan structural, les produits de cuisson sans gluten sont généralement caractérisés par une faible expansion et une mie plus dense, en raison de l' absence du réseau viscoélastique du gluten, habituellement responsable de la rétention des gaz de fermentation. L' amélioration observée pour les formulations F10 et F15 peut être attribuée à l' action des fibres pectiques solubles de la poudre de pelures d' orange, qui jouent un rôle d' hydrocolloïdes naturels. Ces derniers augmentent la viscosité de la pâte et stabilisent les bulles d' air en limitant leur coalescence lors de la cuisson, favorisant ainsi une meilleure aération de la structure. Ce comportement techno-fonctionnel est en accord avec les travaux de Bourekoua et al. (2018), qui ont mis en évidence la contribution des fibres d' agrumes à l' amélioration de la structure alvéolaire des matrices sans gluten.

En revanche, la diminution observée pour F20 (6,567 ± 0,247) suggère qu' au-delà d' un seuil d' incorporation optimal (≈ 15 %), l' excès de fibres insolubles (cellulose et hémicellulose) entraîne une compétition pour l' eau disponible au sein de la matrice. Cette répartition hydrique défavorable limite l' hydratation de l' amidon, densifie la pâte et restreint l' expansion des alvéoles lors de la cuisson. Ce phénomène est conforme aux observations rapportées par Gómez et al. (2011), concernant l' impact négatif d' un excès de fibres sur la structure des produits de boulangerie

V.6.8. L' acceptabilité globale

Ce paramètre constitue l' indicateur synthétique le plus discriminant pour apprécier l' impact hédonique des formulations sur le consommateur. Les résultats de l' analyse statistique révèlent une différence hautement significative entre les échantillons ($p<0,05$).

L' examen des moyennes met en évidence une évolution non linéaire de l' acceptabilité globale. La formulation témoin F0 présente la note la plus faible (5,795 ± 0,293 ; groupe C). L' incorporation de poudre de pelures d' orange améliore significativement l' appréciation sensorielle jusqu' à atteindre un optimum pour F15, qui enregistre le score le plus élevé (7,467 ± 0,288 ; groupe A). En revanche, à un taux d' incorporation de 20 % (F20), une diminution significative de l' acceptabilité globale est observée (6,200 ± 0,288), avec un classement intermédiaire entre les groupes B et C.

Cette baisse de la préférence hédonique à forte incorporation peut s' expliquer par un phénomène de saturation sensorielle. L' augmentation excessive des composés volatils issus des huiles essentielles, notamment le d-limonène, peut entraîner une intensification olfactive excessive, susceptible de déséquilibrer la

perception globale de la flaveur. Ce phénomène de désaccord sensoriel a été rapporté par Anagnostopoulos et al. (2006) et Azman et al. (2012).

Par ailleurs, une forte teneur en fibres issues des pelures d' orange peut altérer les propriétés tribologiques du produit en bouche, en induisant une sensation de granularité et de sécheresse. Cette modification texturale, liée à l' excès de particules insolubles, constitue un facteur limitant bien documenté dans les produits de boulangerie enrichis en fibres, notamment lors d' un enrichissement excessif des matrices sans gluten (Gómez *et al.*, 2011).

V.6.9. L' intensité d'achat

L' analyse de l' intention d' achat confirme de manière cohérente les tendances observées pour l' acceptabilité globale, en traduisant la préférence hédonique en un indicateur de comportement d' achat potentiel ($p < 0,05$). Les formulations F15 (7,333 ± 0,373) et F10 (6,867 ± 0,373) se regroupent au sein du groupe statistique le plus élevé (groupe A), reflétant la probabilité d' achat la plus importante auprès des consommateurs. À l' inverse, la formulation F20 (5,467 ± 0,373) ainsi que le témoin F0 (4,900 ± 0,379) présentent des intentions d' achat significativement plus faibles et appartiennent au groupe B.

La mise en relation des descripteurs sensoriels et des paramètres hédoniques met en évidence la formulation **F15** comme l' optimum technologique de l' étude. Elle correspond au meilleur compromis de formulation en biscuiterie sans gluten, en combinant une structure optimisée et une perception sensorielle équilibrée. Cette formulation améliore l' aération perçue de la mie (7,333 ± 0,247) grâce à l' action structurante des fibres, tout en préservant l' équilibre gustatif sans effet de saturation aromatique. Elle enregistre également les valeurs maximales d' acceptabilité globale (7,467 ± 0,373) et d' intention d' achat (7,333 ± 0,373),

confirmant ainsi son statut de formulation la plus performante sur le plan techno-fonctionnel et sensoriel.

Conclusion générale

Ce travail s’ inscrit dans une démarche de valorisation des sous-produits agroalimentaires, en particulier les écorces d’ orange, par leur transformation en une poudre fonctionnelle destinée à l’ enrichissement de produits de boulangerie sans gluten. L’ étude a consisté à caractériser cette poudre sur les plans physico-chimique, nutritionnel, fonctionnel et antioxydant, puis à évaluer son intégration dans des formulations de biscuits/madeleines à différents taux d’ incorporation (0, 10, 15 et 20 %).

Les résultats obtenus mettent en évidence le potentiel technologique et biologique remarquable de la poudre d’ écorce d’ orange. Sur le plan biochimique et antioxydant, elle présente une activité antioxydante élevée (81 %), associée à une richesse notable en fibres alimentaires (7,4 g/100 g MS) et en pectines (14 %), dans un environnement naturellement acide (pH 4,65). Cette composition confirme la présence d’ une matrice végétale riche en composés bioactifs à fort intérêt nutritionnel.

Sur le plan techno-fonctionnel, la poudre se caractérise par une capacité de rétention d’ eau modérée (0,425 g/g), une capacité de rétention d’ huile (0,53 g/g) et une capacité émulsifiante relativement élevée (57 %). Ces propriétés sont particulièrement pertinentes dans les systèmes sans gluten, où l’ absence de réseau protéique nécessite l’ apport d’ ingrédients structurants capables de stabiliser la pâte et d’ améliorer la texture des produits finis.

L’ évaluation sensorielle des produits formulés a révélé une amélioration globale de l’ acceptabilité des biscuits enrichis par rapport au témoin, avec un optimum technologique et hédonique identifié autour de 10 à 15 % d’ incorporation. À ce niveau, la poudre contribue favorablement à la coloration dorée, au

développement d' arômes d' agrumes et à une texture appréciée, sans apparition d' amertume marquée ni dégradation de la structure. En revanche, des taux plus élevés conduisent à une dégradation progressive des qualités sensorielles, traduisant l' existence d' un seuil optimal d' utilisation.

Globalement, les résultats confirment que les écorces d' orange, longtemps considérées comme des déchets agro-industriels, constituent une matière première prometteuse pour la formulation d' ingrédients fonctionnels à haute valeur ajoutée. Cette valorisation s' inscrit pleinement dans une logique d' économie circulaire, de réduction du gaspillage alimentaire et de développement de solutions alimentaires plus durables.

Perspectives

Plusieurs pistes de recherche peuvent être envisagées afin de prolonger et d' approfondir ce travail :

- L' étude de l' impact de la poudre de pelures d' orange sur la durée de conservation et la stabilité oxydative des produits finis (shelf-life).
- L' analyse approfondie des composés aromatiques volatils par chromatographie (GC-MS) afin de mieux comprendre leur évolution lors de la cuisson et du stockage.
- L' optimisation multicritères des formulations (approche surface de réponse multivariée : RSM) intégrant simultanément paramètres sensoriels, nutritionnels et technologiques.
- Applications dans divers produits alimentaires peuvent également être envisagées afin d' élargir les possibilités de récupération de pelures d' orange.

- Enfin, la transposition à l’ échelle pilote ou semi-industrielle, afin d’ évaluer la faisabilité technologique et économique d’ une valorisation à plus grande échelle.

Ces perspectives ouvrent la voie à une exploitation plus large des sous-produits d’ agrumes dans le développement de nouveaux aliments fonctionnels, innovants et durables.

Les références bibliographiques

1. Ahmad, F.,&Khan, S. T. (2019). Potential industrial use of compounds from by-products of fruits and vegetables. In Health and safety aspects of food processing technologies (pp. 273-307). Cham: Springer International Publishing.
2. Alam, M., Biswas, M., Hasan, M. M., Hossain, M. F., Zahid, M. A., Al-Reza, M. S., & Islam, T. (2023). Quality attributes of the developed banana flour: Effects of drying methods. Heliyon, 9(7).
3. Alasalvar, H., Kaya, M., Berktas, S., Basyigit, B., & Cam, M. (2023). Pressurised hot water extraction of phenolic compounds with a focus on eriocitrin and hesperidin from lemon peel. International Journal of Food Science and Technology, 58(4), 2060– 2066. https://doi.org/10.1111/ijfs.15925
4. Anal, A., 2018. Food processing by-products and their utilization. Wiley Online Library.
5. Anagnostopoulou, M. A., Kefalas, P., Papageorgiou, V. P., Assimopoulou, A. N., & Boskou, D. (2006). Radical scavenging activity of various extracts and fractions of sweet orange peel (Citrus sinensis). Food Chemistry, 95(2), 243-252.
6. ANAGNOSTOPOULOU, Maria A., et al. Radical scavenging activity of various extracts and fractions of sweet orange peel (Citrus sinensis). Food Chemistry. 2006, vol. 94, n° 1, p. 19-25.
7. AOAC (2005). Official Methods of Analysis of AOAC International (18th ed.). Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, MD, USA.
8. Aprifel. (s.d.). Fiches nutritionnelles : Fruits et légumes. Équation Nutrition. https://www.aprifel.com/fr/
9. Ayala, J. R., Montero, G., Coronado, M. A., García, C., Curiel, J. A., León, J. A., ... & Sagaste, C. A. (2021). Characterization of orange peel waste and valorization to obtain reducing sugars. Molecules, 26(5), 1348

10. Azman, N. A., Peiró, A. M., & Gallego, M. G. (2012). Utilization of citrus by-products as natural functional ingredients in bakery products: Sensory and physicochemical impacts. European Food Research and Technology, 235(4), 677-685.
11. BICU, Ioan et MUSTATA, Fanica. Cellulose extraction from orange peel using sulfite digestion reagents. Bioresource Technology, 2011, vol. 102, no 21, p. 10013-10019
12. Bisimwa, K. D., Jung, C. G., Ndikumana, T., & Kabale, A. C. (2013). Contribution à la gestion et à l'exploration des voies de valorisation des déchets ménagers (Working Paper No. 2013-109399). Université Libre de Bruxelles.
13. Bureau des sciences de la nutrition, Direction des aliments. (2012). Politique sur l’ étiquetage et la publicité des produits alimentaires contenant des fibres alimentaires. Direction générale des produits de santé et des aliments : Santé Canada.
14. Bustamante, J., Legua, P., Melgarejo, P., Martínez, J. J., Hernández, F.,&Al-Manhel, A. J. (2019). Green solvents and Ultrasound-Assisted Extraction of bioactive compounds from orange peel. Journal of Food Science and Technology, 56(11), 4900– 4909
15. Bratovcic, A. (2026) Orange Peel Waste Valorization from Bioactive Compound Recovery to Functional and Industrial Applications. Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology, 17, 33-63
16. Braddock, R. J. (1999). Handbook of Citrus By-Products and Processing Technology. Wiley-Interscience.
17. Centre d’ Échanges de l'Aube (CEI Aube). (s.d.). Ressources et applications pour l'écologie industrielle. http://www.ceiaube.fr
18. Centre Technique Interprofessionnel des Fruits et Légumes (CTIFL). (s.d.). Guide national des guides de pratiques d'hygiène. https://guiderhd.ctifl.fr/

19. Chemical composition and active compounds in Bitter orange (Citrus aurantium) peels. Functional Food Science, 5(7), 328– 339d hydrolysis. Bioresource Technology, 54(2), 129-141.
20. Cirrincione, F., Ferranti, P., Ferrara, A., & Romano, A. (2024). A critical evaluation on the valorization strategies to reduce and reuse orange waste in bakery industry. Food Research International, 187, 114422. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2024.114422
21. CONFORTI, Filomena, MARRELLI, Mariangela et MENICHINI, Francesco. Phytochemical profile and antioxidant properties of Citrus bergamia by-products: A sustainable approach for bioactive compounds recovery. Journal of Functional Foods. 2014, vol. 11, p. 155-163.
22. CNIF. (2024). Cartographie et répartition variétale du verger agrumicole national. Conseil National Interprofessionnel de la Filière Agrumes. Alger, Algérie.
23. DERRADJI, S. et MEZIANI, F. Activités antioxydante et antibactérienne des feuilles de Citrus limon, Citrus clementina et Citrus aurantiifolia obtenues par macération et ultrasons. Mémoire de Master. Bouira : Université de Bouira, 2023.
24. Diler, G., Guilloux, M., Lethuaut, L., Chevallier, S., Prost, C., & al. (2019). Intérêt d’ une approche-procédé pour la reformulation de produits réduits en sel-sucre-matières grasses en Boulangerie Viennoiserie Pâtisserie. Innovations Agronomiques, 78, 13-25.
25. Diabetes Canada 2018 Clinical Practice Guidelines for the Prevention and Management of Diabetes in Canada: Nutrition Therapy. Canadian Journal of Diabetes, 42(Suppl 1), 64-79. https://doi.org/10.1016/j.jcjd.2017.10.009
26. Document-cadre et diagnostics territoriaux d'écologie industrielle
27. Encyclopédie visuelle des aliments. (s.d.). Québec Amérique, pp. 222-223.

28. Équipements de traitement, de production et d'emballage. (2019). Sciences des aliments, pp. 165-172.
29. FAO. (2024). Suivi des marchés des agrumes : Rapport annuel. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. Récupéré sur https://www.fao.org/markets-and-trade/
30. FAO: Food and Agriculture Organization. Statistical Databasesm (2012). (www.FAO.org Accessed 19.07.13).
31. Garu, U., Sharma, R.,&Sharma, I. (2011). Effects of lead toxicity on developing testes in Swiss mice. International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research, 2(9), 2403-2407.
32. Gervasi, T., & Mandalari, G. (2024). Valorization of agro-industrial orange peel by-products through fermentation strategies. Fermentation, 10(5), 224. https://doi.org/10.3390/fermentation10050224.
33. Gómez, M., Moraleja, A., Oliete, B., Ruiz, E., & Caballero, P. A. (2010). Effect of fibre size on the quality of fibre-enriched layer cakes. LWT - Food Science and Technology, 43(1), 33– 38. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.06.026
34. Gorinstein S., Martin-Belloso O., Parck Y. S., Haruenkit R., Logek A., Ciz M., Libman I., Traktenberg S., Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits, Food Chem., 74 (3) (2001) 309-315.
35. Grohmann, K., Baldwin, E. A., & Buslig, B. S. (1995). Fractionation and pretreatment of orange peel by dilute aci Hadi, S. T., Mahmed, A. M., & Sulieman, A. M. E. (2025).
36. Hosseini, S. S., et al. (2016). Aqueous extraction of pectin from sour orange peel and its preliminary physicochemical properties. Int. J. Biol. Macromol., 82, 920-926.

37. Jawad A. and Langrish T. A. G., Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction, J. Food Eng., 109 (2012) 162-174
38. Journal Officiel de la République Algérienne. (2001). Loi N° 01-19 du 12 décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets.
39. Journal Officiel de la République Française. (s.d.). Code de l'environnement : Articles R 541-7 et R 541-8 relatifs à la classification des déchets
40. KUTE, A. B., et al. Characterization of pectin extracted from orange peel powder using microwave-assisted and acid extraction methods. Journal of Food Research and Technology. 2019, vol. 3, n° 2, p. 62-70.
41. LARIO, Y., et al. Preparation of high dietary fiber powder from lemon juice by-products. Innovative Food Science & Emerging Technologies. 2004, vol. 5, n° 1, p. 113-117. Larousse. (s.d.). Dictionnaire encyclopédique en ligne.
42. L' Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME). (s.d.). Rapports et guides méthodologiques sur l'économie circulaire
43. Larousse. (s.d.). Dictionnaire encyclopédique en ligne
44. Li, C., & Uppal, M. (2010). Canadian Diabetes Association National Nutrition Committee Clinical Update on Dietary Fibre in Diabetes: Food Sources to Physiological Effects (review). Canadian Journal of Diabetes, 34(4), 355-361.
45. Lombardi, P., Barbero, S., Fiore, S., Orlandella, I., Rovera, F., Todella, E., et al. (2025). Orange Peel Waste in the Circular Economy: An Integrated Assessment Approach. Proceedings, 131, Article 14
46. MADR. (2024). Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural Rapport de synthèse sur les performances des campagnes agricoles (2023-2024). République Algérienne Démocratique et Populaire

47. Magda, G., et al. (2018). Preliminary researches on the effect of essential oils on moulds and evaluation of antioxidant activity, vitamin C and polyphenols in strawberry and rhubarb jam. Journal of Agroalimentary Processes and Technologies, 24(4), 282-285.
48. Magnogo, P. F., Minella, J. P. G., & Merten, G. H. (2020). Efficiency and parameters of Fenton and Photo-Fenton processes for wastewater purification. Journal of Environmental Chemical Engineering, 8(4), 104-112.
49. Majzoobi, M., Poor, Z.V., Jamalian, J., Farahnaky, A. (2016). Improvement of the quality of gluten- free sponge cake using different levels and particle sizes of carrot pomace powder. International Journal of Food Science & Technology 51, 1369-1377
50. Majzoobi, M., Vosooghi Poor, Z., Mesbahi, G., Jamalian, J., Farahnaky, A. (2017). Effects of carrot pomace powder and a mixture of pectin and xanthan on the quality of gluten- free batter and cakes. Journal of texture studies 48, 616-623.
51. Marín, F. R., Soler-Rivas, C., Castillo, J. A.,&板 Martínez, J. A. (2007). By-products from different citrus processes as a source of customized functional fibres. Food Chemistry, 100(2), 736-741
52. Menasra, A. (2020). Étude de la formulation et des traitements technologiques des biscuits enrichis (Thèse de doctorat). Université de Batna 1, Algérie. URL : http://dspace.univ-batna.dz
53. Mohammed Sehir, C., & Ouddai, F. (2019). Écologie industrielle et valorisation des déchets : Cas de recyclage des déchets industriels à Oran (Mémoire de Master). Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou. http://dspace.ummto.dz

54. Núñez-Gómez, V., et al. (2024). Chemical composition, functional and antioxidant properties of dietary fibre extracted from lemon peel after enzymatic treatment. Molecules, 29(1), 269.
55. Office National des Statistiques (ONS). (s.d.). Production agricole et données statistiques structurelles. Alger, Algérie.
56. OLUBA, Olarewaju Michael et OREDOKUN-LACHE, Blessing Ajoke. Nutritional composition and glycemic index of tuwo produced from vitamin A-biofortified maize. Food Science & Nutrition. 2018, vol. 6, n° 8, p. 2465– 2473
57. Ortiz-Sanchez, M., Cardona Alzate, C. A., & Solarte-Toro, J. C. (2024). Orange peel waste as a source of bioactive compounds and valuable products: Insights based on chemical composition and biorefining. Biomass, 4(1), 107– 131. https://doi.org/10.3390/biomass4010006
58. O'Shea, N., Arendt, E. K., & Gallagher, E. (2012). Dietary fibre and phytochemical characteristics of fruit and vegetable by-products and their recent applications as novel ingredients in food products. Innovative Food Scienc
59. Pandiarajan, A., Kamaraj, R., Vasudevan, S., & Vasudevan, S. (2018). OPAC (orange peel activated carbon) derived from waste orange peel for the adsorption of chlorophenoxyacetic acid herbicides from water: adsorption isotherm, kinetic modelling and thermodynamic studies. Bioresource technology, 261, 329-341
60. Parlement Européens et Conseil de l'Union Européenne. (2008). Directive 2008/98/CE du 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives (Directive-cadre sur les déchets).
61. PERON, Gregorio, ZENGIN, Gokhan et ZANCATO, Mirella. Metabolomics-guided valorization of Sicilian Star-Ruby grapefruit (Citrus

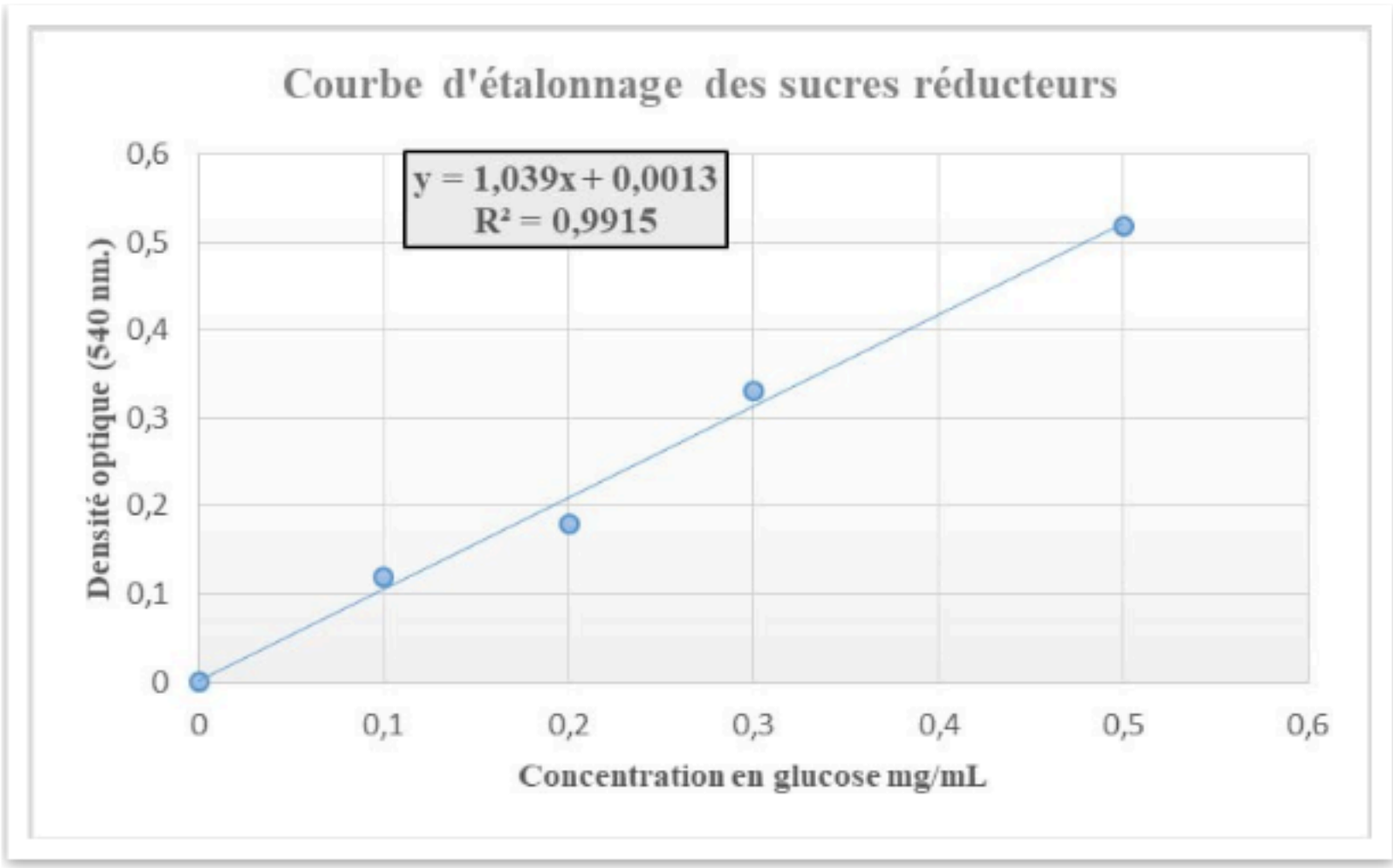
paradisi) peel waste: Tuning microwave-assisted extraction to map the antioxidant profile. Food Bioscience. 2026.

62. Pyrzynska, K. (2022). Hesperidin: A Review on Extraction Methods, Stability and Biological Activities. Nutrients, 14(12), 2387. https://doi.org/10.3390/nu14122387
63. Rivas, B., Torrado, A., Torre, P., Converti, A., & Domínguez, J. M. (2008). Submerged citric acid fermentation on orange peel autohydrolysate. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 56(7), 2380-2387
64. Safdar M, Khan Z, Islam M, Khan MK, Khan A, Mahmood Z. Extraction and quantification of polyphenols from kinnow (Citrus reticulata L.) peel using ultrasound-assisted and maceration techniques. J Food Drug Anal. 2017 Jul;25(3):488-500.
65. Santé Canada. (2021). Liste des fibres alimentaires évaluées et acceptées par la Direction des aliments de Santé Canada. Table de composition nutritionnelle de l’ ANSES ciqual Aprifel 2024 /2026
66. Scribd. (2021). Étude de marché : Le marché algérien du biscuit. https://www.scribd.com/document/897073012/Marche-Algerien-Biscuit.
67. Singh, B., Singh, J. P., Kaur, A., & Singh, N. (2020). Phenolic composition, antioxidant potential and health benefits of citrus peel. Food Research International, 132, 109114. 10.1016/j.foodres.2020.109114.
68. Suri, S., Singh, A., & Nema, P. K. (2022). Current applications of citrus fruit processing waste: A scientific outlook. Applied Food Research, 2(1), 100050. https://doi.org/10.1016/j.afres.2022.100050.
69. Teixeira, F., et al. (2020). Addition of orange peel in orange jam: Evaluation of sensory, physicochemical, and nutritional characteristics. Molecules, 25(7), 1670.
70. Trends in Food Science and Technology. (2018). Volume 81, pp. 203-212

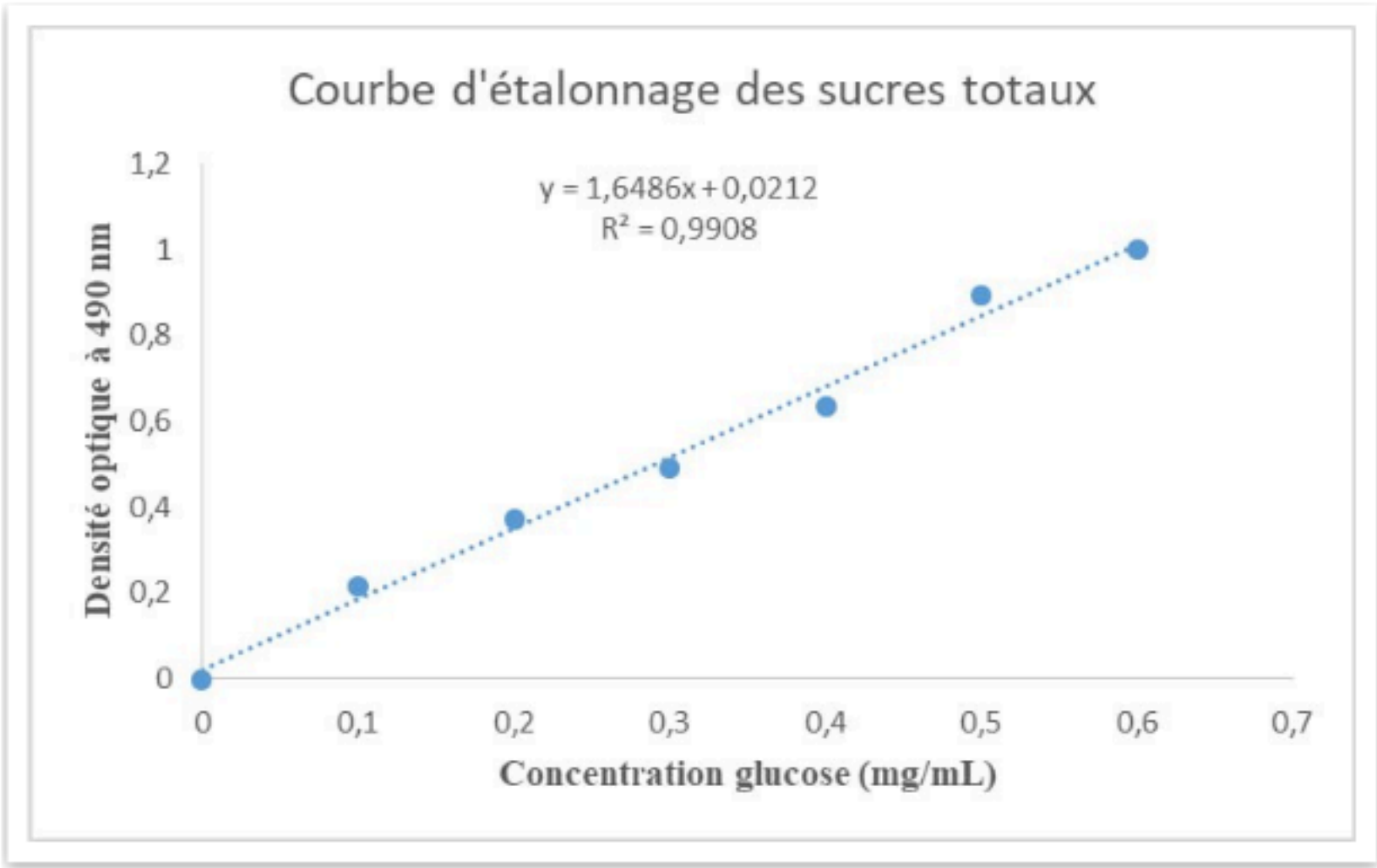
71. U.S. Department of Agriculture (2025) Production-Orangeshttps://www.fas.usda.gov/data/production/commodity/0571120
72. Wood head Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. (2008). Wood head Publishing, pp. 446-475
73. YAZICIĞLU, Nalan et SİYASAL, Kübra. Development and characterization of water-soluble and heat-sealable edible films based on guar gum. Food and Health. 2024, vol. 10, n° 2, p. 115-128.
74. Y. C. Wang, Y. C. Chuang, Y. H. Ku. Quantitation of bioactive compounds in citrus fruits cultivated in Taiwan, Food Chem., 102 (2007) 1163-1171.
75. Zaker, M. A., Sawate, A. R., Patil, B. M., Sadawarte, S. K., & Kshirsagar, R. B. (2017). Utilization of orange (Citrus sinensis) peel powder as a source of dietary fiber and its effect on the cake quality attributes. International Journal of Agricultural Sciences, 13(1), 56-61. Aprifel. (s.d.). Fiches nutritionnelles : Fruits et légumes. Équation Nutrition.

Annexes

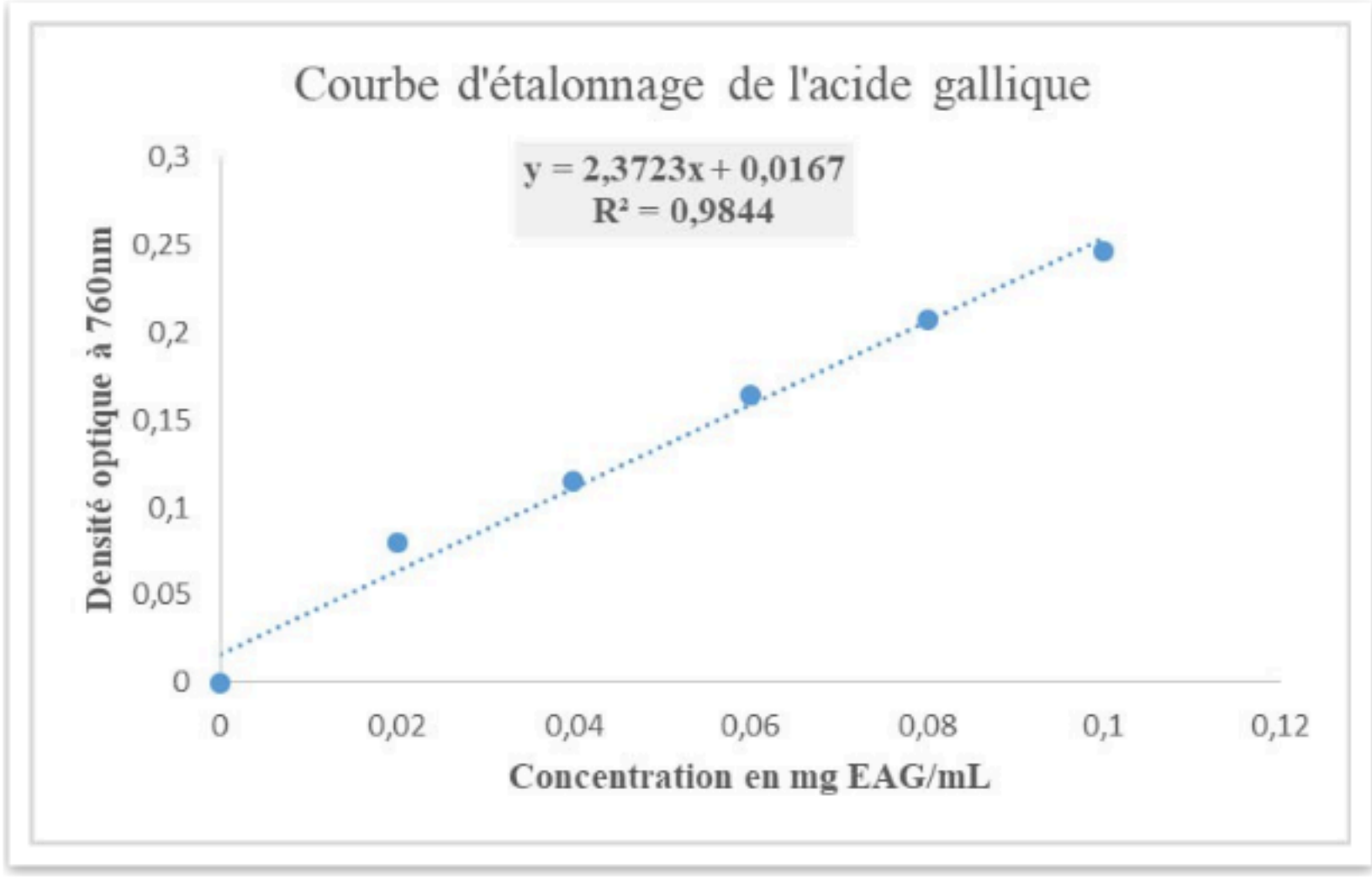
Annexes1 : Courbe d’ étalonnage des sucre réducteurs



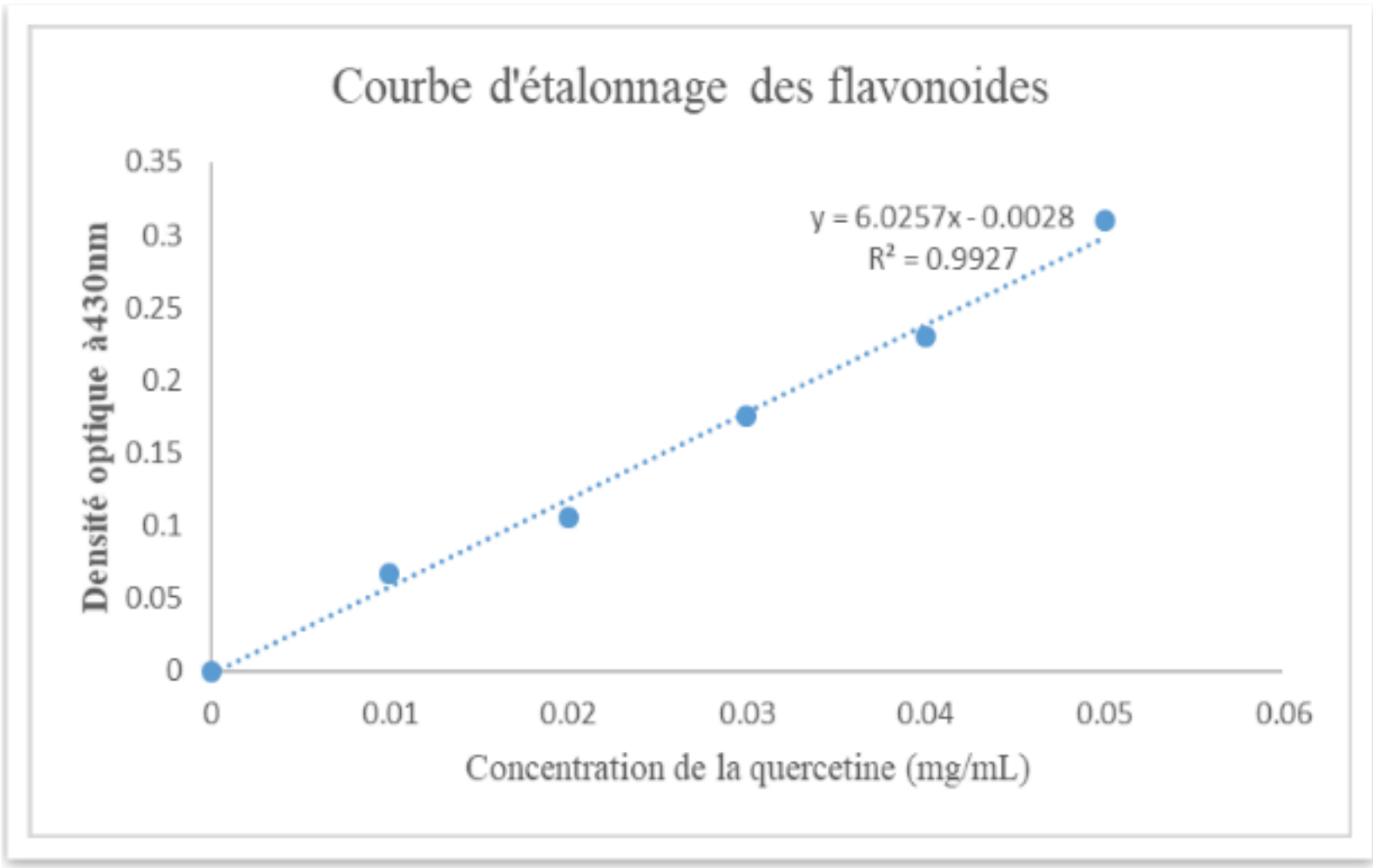
Annexes2 : Courbe d’ étalonnage des sucres totaux



Annexe 3 : Courbe d’ étalonnage de l’ acide gallique



Annexe 04 : Courbe d’ étalonnage des flavonoïdes



Annexe 5 : Questionnaire de l' analyse sensorielle

Nom et prénom de questionnaire :

Age : **Sexe : H / F**

Vous allez déguster plusieurs échantillons de madeleines formulées avec différents taux d' incorporation de poudre d' écorces d' orange (0 %, 5 %, 10 %, 15 %). Veuillez indiquer votre degré d' appréciation pour chaque critère.

Échelle hédonique (9 points)

0 = absence de caractère

1 = Extrêmement désagréable

2 = Très désagréable

3 = Désagréable

4 = Légèrement désagréable

5 = Ni agréable ni désagréable

6 = Légèrement agréable

7 = Agréable

8 = Très agréable

9 = Extrêmement agréable

Paramétrés organoleptique	**Échantillon T0**	**Échantillon T5**	**Echantillon T10**	**Echantillon T15**
Examen Visuel				
Couleur (appréciation)				
Odeur				
Note d' orange (agrume, zesté)				
Intensité de l' arôme global				
Goût				
Intensité du goût				
Équilibre sucré / amer (écorce)				
Arrière-goût (agréable ou non)				
Texture et structure				
Moelleux				
Aération (légèreté de la mie)				
Perception globale				
Acceptabilité globale				
Intention de consommation et d' achat				

Annexe 06



Madeleines 10 % de PPO



Madeleine 15 % de PPO



Madeleine 20% de PPO