

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés
Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

Mlle MAZA Chafiaa

Mlle MEKHMOUKHEN Sabrina

Thème

Extraction de la pectine à partir des écorces d'orange

Soutenue le 10/07/2024

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Université	Qualité
Mr KACHBI Abdelmalek	MCA	Université de Bejaia	Président
Mme OUGHLIS-HAMMACHE Fadila	MCB	Université de Bouira	Examineur
Mme SENHADJI-KEBICHE Ounissa	Professeure	Université de Bejaia	Encadrant
Mme SAHI Sabrina	Doctorante	Université de Bejaia	Co-encadrant

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciements

Avant tous, on tient à remercier par le biais de ce travail dieu le tout puissant, pour la patience dont il nous a fait usage, la santé, le courage, la force ainsi que la volonté pour la réalisation de ce travail.

Nos remerciements les plus sincères, vont à notre promotrice ; professeur à l'université de Bejaia Madame **SENHADJI Ounissa** et à notre Co-promotrice Mlle **SAHI Sabrina**, pour l'honneur, la patience et leur disponibilité constante pour répondre à nos questions, discuter de nos idées et nous guider dans les moments de doute ce qui a été essentiel pour nous et surtout pour réaliser ce travail de recherche.

Nous adressons toute notre gratitude à notre président de jury Monsieur **KACHBI Abdelmalek** ainsi qu'à notre examinatrice Madame **OUGHLLIS Fadila** pour avoir accepté de juger notre travail.

Nous remercions toutes les personnes de laboratoire de recherche des procédés membranaires et des techniques de séparation et de récupération, plus particulièrement les ingénieurs de laboratoire Madame **BENAMOR Kahina** et Madame **MOKHTARI Fouzia** ; pour leur aide efficace et leur soutien émotionnel qu'elles nous ont apportés tout au long de ce stage pratique.

Chafiaa & Sabrina

Dédicace

Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers,

A mes très chers parents

Je vous dois ce que je suis aujourd'hui grâce à votre amour, à votre patience et vos innombrables sacrifices.

Que ce modeste travail, soit pour vous une petite compensation et reconnaissance envers ce que vous avez fait d'incroyable pour moi.

Que dieu, le tout puissant, vous préserve et vous procure santé et longue vie.

A mes chères frères & sœurs

Riad, Madjid, Hayet, Lila, Fatma et sa petite famille et Kahina qui n'est plus parmi nous mais qui continue de vivre dans nos cœurs, que ton âme repose en paix ma chère sœur.

A ma chère grand-mère

Qui je souhaite une bonne santé.

A mon oncle et sa famille

Pour leur soutien inconditionnel tout au long de mes études.

A ma collègue Sabrina

Pour son soutien moral, et sa compréhension tout au long de ce travail.

A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

Chafiaa

Dédicace

Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers,

A mes chers parents,

Maman, c'est grâce à votre amour, votre patience et vos innombrables sacrifices que j'ai pu arriver jusqu'ici. Papa, ta disparition pendant la préparation de ce mémoire a été une épreuve difficile, mais ton soutien et tes encouragements m'ont toujours accompagné. Que ce modeste travail soit une humble marque de gratitude et de reconnaissance pour tout ce que vous avez fait pour moi.

Que Dieu, le Tout-Puissant, bénisse notre famille, accorde santé et longue vie à maman, et repose ton âme en paix papa.

A mes chères sœurs

Thiziri & Djamila, votre soutien constant et vos encouragements ont été inestimables tout au long de ce parcours.

A mes cousines et voisins

Fariza, Samira, Mazou, Rabeh, Adel, louiza, licia, pour votre soutien indéfectible, encouragements constants, et votre présence amicale tout au long de cette période.

A ma chère grand-mère

A qui je souhaite une bonne santé.

A mon oncle et sa famille

Pour leur soutien inconditionnel tout au long de mes études.

A ma collègue Chafiaa

Ce mémoire est le résultat de notre collaboration exceptionnelle, de notre travail d'équipe et de notre persévérance partagée. Merci d'avoir été à mes côtés à chaque étape de ce voyage académique. Ta compétence, ton dévouement et ton amitié ont été essentiels pour atteindre nos objectifs communs.

A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

Sabrína

Liste des abréviations

PMF : poly méthoxyles flavones

GalA : acide D-galacturonique

HG : Homogalacturonane

RG-I : Rhamnogalacturonane de types I

RG-II : Rhamnogalacturonane de types II

XGA : Xylogalacturonanes

DM : degré de méthylation

HM : Hautement méthylés

LM : faiblement méthylés

EA : activité émulsifiante

E440 : pectine commerciale

PH : potentiel hydrogène

OB : orange Boufarik

AC : acide citrique

IR : infra-rouge

IRTF : la spectroscopie infrarouge de Fourier

Liste de figure

Chapitre I: Généralités sur l'orange et son écorce

Figure I.1 : Coupe transversale d'une orange	04
Figure I.2 : Evolution de la production mondiale des agrumes entre 2015 et 2020 (en millions de tonnes) (selon les données statistiques de département de l'Agriculture de Etats	10
Figure I.3 : Applications des écorces d'orange dans l'industrie agroalimentaire.....	14

Chapitre II: Revue bibliographique sur la pectine

Figure II.1 : Situation de la pectine au niveau de la paroi cellulaire du fruit	15
Figure II.2 : Structure de la pectine	16
Figure II.3 : Structure schématique des régions typiques de la pectine	17
Figure II.4 : (A) Structure de pectine à haute teneur en méthoxyle et (B) à faible teneur en méthoxyle	18
Figure II.5 : Réaction de désestérification	21
Figure II.6 : Réaction de dépolymérisation par hydrolyse	22
Figure II.7 : Réaction de dépolymérisation par β -élimination	22

Chapitre III: Matériels et méthodes d'analyse

Figure III.1 : Etapes d'obtention de la poudre d'écorce d'orange (A : Oranges/ B : écorces	
---	--

Séchées/ C : Poudre)	26
Figure III.2 : Protocole d'extraction de la pectine.....	30

Chapitre VI : Résultat et discussion

Figure IV.1 : Effet du temps d'extraction sur le rendement d'extraction de la pectine	32
Figure IV.2 : Effet de la température sur le rendement d'extraction de la pectine	33
Figure IV.3 : Effet de la vitesse d'agitation sur le rendement d'extraction de la pectine ...	35
Figure IV.4 : Effet du pH sur le rendement d'extraction de la pectine	36
Figure IV.5 : Spectre IR de la poudre d'écorce d'orange	38
Figure IV.6 : Spectre IR de la poudre de la pectine	40
Figure IV.7 : Pectine sous microscope IR à pH 1,5	42
Figure IV.8 : Pectine avant le séchage (sous forme de gel)	43
Figure IV.9 : Pectine après le séchage	43

Liste des tableaux

Chapitre I: Généralités sur l'orange et son écorce

Tableau I.1 : Classification botanique des oranges	05
Tableau I.2 : Composition nutritionnelle de l'orange douce	08

Chapitre III: Matériels et méthodes d'analyse

Tableau III.1 : Réactifs utilisés	28
--	----

Chapitre VI : Résultat et discussion

Tableau IV.1 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage en fonction du temps	32
Tableau IV.2 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage en fonction de la température	33
Tableau IV.3 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage fonction de la vitesse d'agitation	34
Tableau IV.4 : Variation de la masse de pectine obtenue avant et après le séchage en fonction du pH	36
Tableau IV.5 : Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant les constituants de l'écorce d'orange	38
Tableau VI.6 : Bandes d'absorption des groupements fonctionnels caractérisant la poudre de la pectine	40

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

Introduction générale

Chapitre I: Généralités sur l'orange et son écorce

I.1. Historique	02
I.2. Description de l'oranger	02
I.3. Exigences pédoclimatiques	04
I.4. Classification botanique	05
I.5. Différentes variétés du fruit	06
I.6. Composition chimique et nutritionnelle des oranges	07
I.7. Les composants d'intérêts dans les écorces des oranges	08
I.8. La production de l'orange	09
I.9. Importance économique dans le monde et en Algérie	12
I.10. Utilisation des écorces d'agrumes dans l'industrie alimentaire	13

Chapitre II: Revue bibliographique sur la pectine

II.1. Définition de la pectine	15
II.2. Structure moléculaire de la pectine	15
II.2.1. Homogalacturonane(HG)	16
II.2.2. Rhamnogalacturonane de type I (RG-I)	16
II.2.3. Rhamnogalacturonane de type II (RG-II)	16
II.2.4. Xylogalacturonanes (XGA)	17
II.3. Classification	17
II.4. Principales sources de la pectine	18
II.5. Propriétés physico-chimiques des pectines	18
II.5.1. Solubilité	18

II.5.2. Viscosité	19
II.5.3. Emulsification	19
II.5.4. Propriétés gélifiante.....	20
II.5.5. Propriétés épaississante	20
II.5.6. Dégradation des pectines.....	21
II.6. Extraction de la pectine	22
II.6.1. Méthodes d'extraction conventionnelles	23
II.6.2. Nouvelles méthodes d'extraction	23
II.7. Application de la pectine	24
II.7.1. Industrie alimentaire	24
II.7.2. Utilisation thérapeutique et pharmaceutique	24
II.7.3. Autres applications	24

Chapitre III : Matériels et méthodes d'analyse

III.1. Présentation du matériel	25
III.1.1. Matériel végétal	25
III.1.2. Matériels	26
III.1.3. Appareillage et logiciels utilisés	26
III.1.4. Produits chimiques	27
III.2. Protocole expérimental	27
III.2.1. Extraction de la pectine	27
III.2.2. Purification de la pectine	28
III .2.3 Séchage de la pectine	28
III.3.3. Spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier de la poudre d'écorce d'orange et de la poudre de pectine	29
III.4.3. Analyse microscopique de la pectine	30

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Etude de la variation des paramètres fondamentaux sur l'extraction de la pectine ..	31
IV.1.1 Calcul du rendement d'extraction de la pectine en %	31
IV.2. Effet des paramètres fondamentaux sur le rendement de la pectine	31
IV.2.1. Effet du temps d'extraction sur le rendement d'extraction de la pectine	31
IV.2.2. Effet de la température sur le rendement d'extraction de la pectine	33
IV.2.3. Effet de la vitesse d'agitation sur l'extraction	34
IV.2.4. Effet de pH sur rendement d'extraction de la pectine	35
VI.3. Spectroscopie infra-rouge de Fourier	37
VI.3.1. Spectroscopie infra-rouge à transformation de Fourier de la poudre d'écorce d'orange.....	37
VI.3.2. Spectroscopie infra-rouge à transformation de Fourier de la poudre de la pectine	40
VI.4. Analyse microscopique	41

Conclusion générale

Perspectives

Références bibliographiques

Résumé

Introduction générale

Introduction générale

Les agrumes sont l'une des cultures les plus répandues dans le monde. L'orange est le principal agrume commercialisé, il représente plus de la moitié de la production mondiale d'agrumes. D'autres agrumes ayant une importance commerciale comprennent les mandarines, les citrons et les pamplemousses. Le *Citrus Sinensis* communément appelé orange douce est transformé généralement pour la production de jus et de confitures. En 2021, plus de 75 millions de tonnes d'orange ont été produites dans le monde, et environ 40% du poids initial de l'orange est gaspillé lors du processus d'extraction du jus, ce qui entraîne la génération de millions de tonnes de résidus chaque année dans le monde. Les déchets issus de la transformation des agrumes comprennent les pépins, les marcs et les écorces [1], ces derniers sont une source importante des huiles essentielles, composés phénoliques, fibres alimentaires, protéines et de polymères comme l'hémicellulose, la cellulose, la lignine et la pectine. Il est donc urgent d'explorer la possibilité de convertir ces déchets en produits économiquement intéressants [2]. La valorisation des écorces d'orange pour l'extraction de la pectine gagne en popularité, car ce procédé contribue non seulement à réduire la production de déchets, mais constitue également une alternative naturelle et durable aux composés synthétiques [1].

La pectine est un hydrocolloïde d'origine végétale, couramment ajouté comme ingrédient dans d'innombrables produits alimentaires, dans l'industrie pharmaceutique et dans d'autres applications. La pectine a différentes propriétés fonctionnelles ; les différents groupes fonctionnels et certaines modifications structurales permettent l'application des molécules de pectine à de nombreuses fins, principalement en raison de sa facilité d'accès, de ses propriétés non toxiques et de son coût de production bon marché. La pectine est extraite à grande échelle des sous-produits de fruits en quantités importantes [3], en particulier les marcs de pommes, et les écorces de citron et d'orange [4]. Ces substances sont utilisées dans l'élaboration des confitures, des gelées, des jus de fruits, des desserts et même des produits laitiers. Comme elles pourraient avoir des implications importantes dans l'industrie alimentaire, en offrant une alternative naturelle et saine aux agents épaississants synthétiques couramment utilisés, ainsi qu'en valorisant les sous-produits tels que les écorces d'agrumes [5].

Dans ce travail nous nous sommes intéressés particulièrement à l'extraction de la pectine à partir des écorces d'orange.

Ce mémoire se subdivise en quatre chapitres :

INTRODUCTION GENERALE

- **Le premier chapitre** comprend un rappel sur les grandes caractéristiques de l'orange et de son écorce : la description botanique, les différents composants du fruit, les différentes variétés et l'importance nutritionnelle et économique et leurs différentes utilisations dans les industries alimentaires.
- **Le deuxième chapitre** englobe des généralités de la pectine ; définition, structure moléculaire, différentes sources de pectine, ses propriétés physiques chimiques, ses différentes utilisations dans les industries.
- **Le troisième chapitre** porte sur une description de la procédure expérimentale et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées dans ce travail.
- **Le quatrième et dernier chapitre** est consacré aux résultats et discussions.

Nous terminons ce mémoire, par une conclusion générale où sont récapitulés les principaux résultats obtenus.

Chapitre I
Généralité sur l'orange et son
écorce

Chapitre I-Généralités sur l'orange et son écorce**I.1. Historique**

Les agrumes sont les fruits les plus cultivés et commercialisés au monde. Il existe plusieurs variétés d'agrumes les plus populaires sont : le citron (Citrus. Limon), pamplemousse (Citrus.Paradise), mandarine (Citrus.Reticulata), clémentine (Citrus.Clementina), orange douce (Citrus.Sinensis) [6]. L'orange douce est l'agrumes le plus cultivé et le plus populaire dans le monde [7].

Les oranges sont probablement originaires d'Asie du sud-est et ont été cultivées en Chine vers 2500 avant J-C, où on l'appelait pomme « chinoise » [8] bien avant leur introduction en Europe environ 1400 après J-C. L'Amérique continentale a probablement reçu ses premières oranges au début et au milieu des années 1500 [7].

Aujourd'hui, il est cultivé presque partout dans le monde [8].

I.2. Description de l'oranger

L'oranger pousse dans les régions tropicales, semi-tropicales et chaudes, devenant ainsi l'agrumes le plus cultivé au monde. Il est originaire d'Asie et est désormais répandu dans tout le Pacifique et les régions chaudes du monde. C'est un arbre à fleurs persistantes, généralement de 7,5 m mais atteignant parfois des hauteurs allant jusqu'à 15 m. Il se compose d'une couronne compacte avec des branches principalement épineuses. Les feuilles sont lisses, vertes, d'environ 3,5 mm de largeur et 6,5-15 cm de longueur avec des lames dentées de formes différentes, ovales ou elliptique, reliée à la tige par des ailes pétioles. Comme l'huile est présente en abondance dans les feuilles, elle dégage une forte odeur caractéristique d'agrumes.

Les fleurs sont petites, blanches cireuses et parfumées, axillaires verticilles de 5-6 cm de largeur avec cinq pétales blancs et 20 à 25 jaunes étamines.

Les fruits sont variés dans leur forme et taille (de rond à oblong) (de 4-12 cm), constitué d'une peau coriace de 6mm d'épaisseur, étroitement adhérente, protégeant la pulpe interne juteuse, divisée en segments pouvant ne pas contenir des graines, selon la variété [6].

- **L'écorce** : comprend deux parties

- ✓ L'épicarpe : appelée « flavedo », c'est la couche extérieure colorée qui contient des flavanones, elle représente 8 à 10 % du fruit et contient des glandes à huiles essentielles qui donnent l'odeur particulière à l'orange [9].
- ✓ Le mésocarpe : c'est la couche interne blanche, appelée « albedo », qui a une consistance spongieuse plus ou moins épaisse par rapport à la taille du fruit, ne contient pas de flavanones solubles, et constitue 12 % à 30% du poids du fruit [9].
- **La pulpe** : appelée endocarpe, c'est la partie comestible divisée en portions juteuses dont le nombre varie de 9 à 11 ; elle est constituée par un ensemble de poils charnus ou vésicules renfermant le jus. Elle est généralement plus ou moins acide et sucrée ou amère et elle représente 50 à 80 % du fruit [9].
- **Pépins** : se trouvent près du centre de l'orange, ils représentent 0 à 4 % du fruit avec une teneur élevée en huiles essentiels [9].

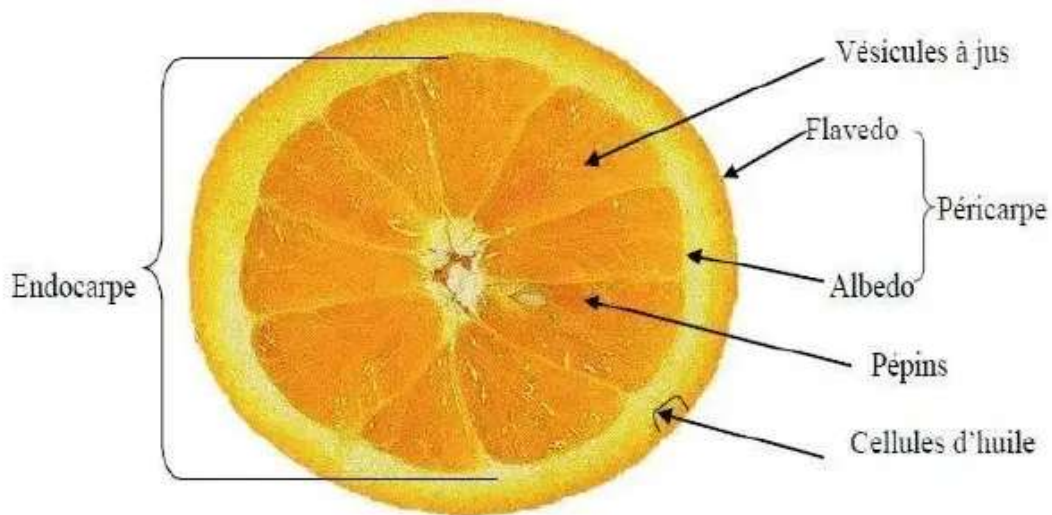


Figure I.1 : Coupe transversale d'une orange [9]

I.3. Exigences pédoclimatiques

L'orange a des exigences pédoclimatiques spécifiques pour se développer et produire des fruits de qualité. Voici quelques-unes de ces exigences :

- a) Climat** : l'oranger est originaire des régions subtropicales et tropicales, et a besoin de beaucoup de lumière et de chaleur pour se développer. Il préfère les climats chauds et humides avec une température moyenne annuelle de 20 à 25°C.

- b) Sol :** L'oranger pousse mieux dans les sols légers et bien drainés, riches en matières organiques. Il préfère les sols légèrement acides à neutres (pH 5,5 à 7,0).
- c) Irrigation :** l'oranger a besoin d'un apport régulier en eau pour se développer et produire des fruits. Il est important de maintenir le sol humide sans qu'il soit détrempé.
- d) Fertilisation :** l'oranger a besoin d'une fertilisation régulière pour assurer une croissance et une production optimales. Elle a besoin d'un apport en azote, phosphore, potassium, magnésium et calcium.
- e) Protection contre les maladies et les ravageurs :** L'oranger est sensible à de nombreuses maladies et ravageurs, tel que la gale, la pourriture des racines, les cochenilles, les pucerons, les mouches des fruits et les acariens. Il est important de mettre en place des mesures de protection appropriées pour éviter les pertes de récolte [10].

I.4. Classification botanique

Le tableau ci-dessous illustre la classification botanique des oranges :

Tableau I.1 : Classification botanique des oranges [9].

Classification	Répartition systématique
Règne	Végétale
Division	Magnoliophyta
Classe	Eudicotes
Sous classe	Sapindales
Ordre	Rosidae
Famille	Rutaceae
Sous famille	Aurantoideae
Tribu	Citreae
Sous tribu	Citrineae
Genre	Citrus
Espèce	Citrus sinensis

I.5. Différentes variétés du fruit

Il existe deux types d'oranges ; amères et douces. Les oranges douces sont subdivisés en quatre groupes distincts ; les oranges navels, les oranges blondes, les oranges tardives et les oranges sanguines.

➤ **Orange Amère**

La bigarade et l'orange de Séville, soit la *Citrus bigaradia* et la *Citrus aurantium*, sont des variétés d'orange amères.

De façon générale, ce type d'orange possède une écorce verte et rugueuse. La pulpe de ces fruits est acidulée, ce qui lui confère un goût amer. L'orange amère n'est donc pas un fruit particulièrement apte à la consommation naturel. De préférence elle est utilisée dans la préparation des marmelades ou, tout simplement, mise en conserve.

➤ **Orange douce**

Le type d'orange le plus reconnu et le plus consommé. Ce sont des oranges juteuses, dont la production commerciale est très répandue.

➤ **Orange naval**

Originaire du Brésil et introduite aux États-Unis vers 1600, l'orange Navel est réputé pour sa saveur douce, sa peau épaisse et facile à peler, et son renflement en forme de nombril. Sa chair est croquante, savoureuse, et presque sans pépins, mais elle est rarement utilisée pour les jus en raison d'une petite orange à sa base.

➤ **Orange blondes (Hamlin)**

Les oranges blondes, comme la variété Hamlin, sont classées par vigueur, résistance et productivité. Connues sous différents noms selon leur région, elles ont une chair pâle mais sont excellentes pour la fabrication de jus.

➤ **Orange tardives (orange de valence)**

Introduite aux États-Unis vers 1870, cette variété d'orange représente environ 50 % de la production américaine. Elle est de taille moyenne, avec une écorce mince et lisse de couleur orange doré, et une chair sucrée et juteuse, idéale pour la consommation et la fabrication de jus. Sa production s'étend de février à octobre.

➤ **Oranges sanguines**

Les oranges sanguines, originaires des Indes, ont une chair rouge sang ou partiellement parsemée de filaments rouges. Elles sont très acidulées, tandis que les demi-sanguines

sont plus sucrées. Leur écorce varie en teinte, rougeâtre et parfois rugueuse, selon la région. La couleur vive de leur peau et de leur pulpe est influencée par la lumière et la température [11].

I.6. Composition chimique et nutritionnelle des oranges

Une orange est composée d'environ 88% d'eau. Les principaux solides solubles dans le jus d'orange sont les solubles glucides ou sucres (environ 10%), tandis que l'acide citrique est le principal solide soluble dans les citrons et limes. Les principaux sucres dans le jus d'orange-glucose, fructose et saccharose-se produisent dans un rapport approximatif de 1 : 2 sucres totaux (surtout la fraction saccharose) augmentent généralement.

Environ 70% de l'azote contenu dans les jus d'agrumes se trouve dans les acides aminés libres qui constituent environ 0,1% (w/w) des oranges. La proline est le principal acide aminé avec moins de quantités d'asparagine, acide aspartique, d'arginine et acide gamma-Amin butyrique.

L'élément minéral le plus abondant dans le jus d'orange est le potassium, avec d'autres minéraux en quantité importante étant le calcium, le fer, le magnésium, le phosphore et le soufre. D'autres éléments à noter sont le chlore et l'azote. La chair et le jus d'orange sont considérés comme d'excellentes sources de potassium [7].

Tableau I.2 : Composition nutritionnelle de l'orange douce [8]

Composition	Masse et apport journalier
Energie	197 kJ (47 kcal)
Sucres	9,35 g
Fibre alimentaire	2,4 g
Graisse	0,12 g
Protéine	0,94 g
Eau	86,75 g
Vitamine A équiv.	11 ug (1%)
Thiamine (vit.B1)	0,087 mg (8%)
Riboflavine (vit.B2)	0,04 mg (3%)
Niacin (vit.B3)	0,282 mg (2%)
Acide pantothénique (B5)	0,25 mg (5%)
Vitamine B6	0,06 mg (5%)
Folate (vit B9)	30 ug (8%)
Choline	8,4 mg (2%)
Vitamine C	53,2 mg (64%)
Vitamine E	0,18 mg (1%)
Calcium	40 mg (4%)
Fer	0,1 mg (1%)
Magnésium	10 mg (3%)
Manganèse	0,025 mg (1%)
Phosphore	14 mg (2%)
Potassium	181 mg (4%)
Zinc	0,07 mg (1%)

I.7. Les composants d'intérêts dans les écorces des oranges

➤ Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés polyphénoliques caractérisés par une structure phénylbenzopyrone. Bien que souvent considérés comme non nutritifs, ils suscitent un grand intérêt chez les chercheurs pour leur potentiel dans la prévention des maladies chroniques. Parmi les flavonoïdes présents dans les agrumes, on trouve des glycosides

tels que l'hespéridine et la naringine, ainsi que des flavones O-méthylées comme la nobilétine et la tangéretine, deux exemples courants de flavones polyméthoxylées (FPM). Les écorces d'agrumes sont particulièrement riches en PMF comparées aux autres parties comestibles du fruit. Les flavonoïdes possèdent diverses propriétés bénéfiques pour la santé, notamment des activités anticancéreuses, antivirales et anti-inflammatoires. Ils contribuent également à réduire la fragilité capillaire et à limiter l'agrégation plaquettaire humaine. De plus, certaines flavanones glycosylées peuvent être facilement transformées en dihydrochalcones, des édulcorants naturels puissants [13].

➤ **Les fibres alimentaires**

Les fibres alimentaires sont classées en : fibres alimentaires solubles et insolubles, elles sont constituées d'un mélange de polymères d'hydrates de carbone végétaux, à la fois des oligosaccharides et des polysaccharides ; Par exemple : la cellulose, les hémicelluloses, les substances pectiques, les gommes, l'amidon résistant, l'inuline et en association avec certains fragments non glucidiques.

Les fibres alimentaires sont très bénéfiques pour la santé, elles aident à la digestion et l'absorption dans l'intestin grêle humain, permet également : l'efficacité du gonflement des selles, améliore la fermentation colique, maintient le niveau d'insuline et réduit les niveaux de cholestérol préprandial [13].

➤ **Les huiles essentielles**

Les huiles essentielles sont des liquides aromatiques contenant une combinaison de composants volatils ; elles se trouvent généralement dans les sacs huileux des écorces d'agrumes et sur la cuticule des plantes. Ces huiles essentielles extraites sont utilisées dans l'industrie agroalimentaire pour ajouter une saveur d'agrumes aux aliments et aux boissons. Elles sont également utilisées dans l'industrie pharmaceutique pour fabriquer des médicaments et dans l'industrie cosmétique pour ajouter des parfums d'agrumes dans les parfums, les savons et autres produits de beauté, ainsi que dans les produits de nettoyage domestiques [12].

I.8. La production de l'orange

❖ **Dans le monde**

Les agrumes comptent parmi les principales cultures fruitières dans le monde. Selon les données statistiques de département de l'Agriculture des Etat Unis. La

production annuelle totale d'agrumes s'est élevée à 91.87 millions de tonnes en 2019/2020. Les oranges constituent la majeure partie de la production d'agrumes avec environ 46 millions de tonnes du total de la production, 31.5 millions de tonnes des mandarines, 7.55 millions de tonnes de citron et limette et 6.69 millions de tonnes de pamplemousses. L'amélioration de la production est principalement des technologies de manipulation, de transport et de stockage des agrumes. La figure (I.8) représente l'évolution de la production mondiale d'agrumes entre 2015 et 2020 [14].

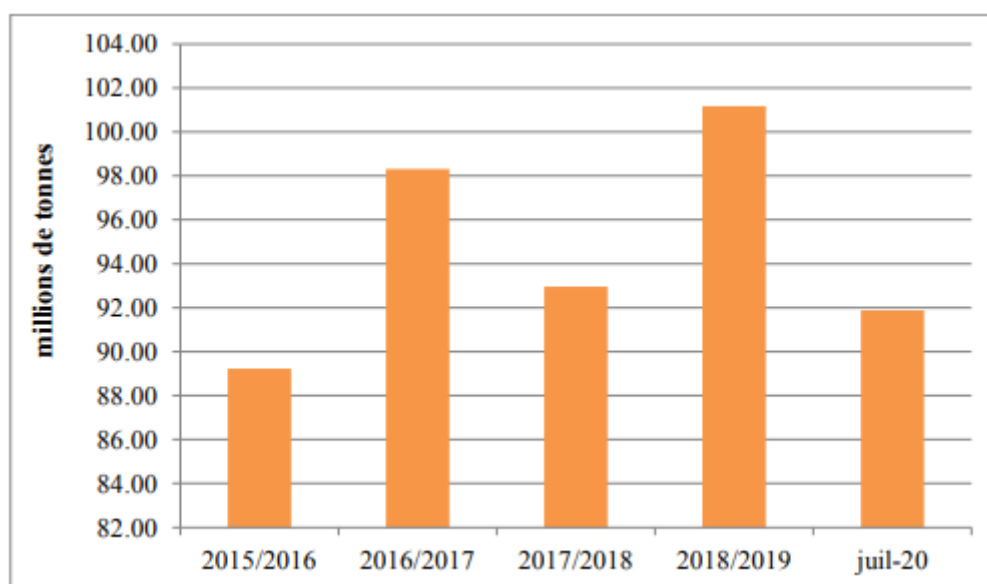


Figure I.2 : Evolution de la production mondiale des agrumes entre 2015 et 2020 (en millions de tonnes) (selon les données statistiques de département de l'Agriculture de Etats Unis) [14]

Actuellement, le nombre de pays producteurs d'agrumes dans le monde augmente progressivement, et l'agrumiculture s'observe presque dans toutes les zones du globe, essentiellement dans les régions méditerranéennes et tropicales. La Chine, le Brésil, sont toujours en tête des producteurs. En 2019/2020, la Chine a produit environ 35.23 millions de tonnes, le Brésil 15.6 millions de tonnes [14].

La production mondiale d'oranges pour 2023-2024 est prévue d'atteindre 48,8 millions de tonnes. Le marché mondial de l'orange, évalué à 3,84 milliards de dollars en 2024, devrait atteindre 4,79 milliards d'ici 2029. Le Brésil reste le plus grand producteur avec 16,5 millions de tonnes, suivi par la Chine et l'Union européenne. L'Égypte est le plus grand producteur arabe avec 3,7 millions de tonnes. La demande mondiale croissante et les exportations

significatives, notamment de l'Afrique du Sud, soutiennent la croissance continue du marché [15].

❖ **En Algérie**

- La production agrumicole globale pour la campagne agricole 2018/2019 s'est élevée à plus de 15,8 millions de quintaux, dont 12 millions de quintaux d'oranges, 2,48 millions de quintaux de clémentine, et près de 870166 quintaux de citron. Comparativement à la saison agricole 2018, la production d'agrumes a enregistré une croissance de 7%. Cette hausse est due essentiellement à l'évolution de la production d'oranges, soit 6% par rapport à la saison agricole 2018. Aussi bien que la production d'oranges, les productions de clémentines, de mandarines et de citrons ont marqué des hausses respectives de 15%, 2%, 10% [16].
- La filière des agrumes a enregistré au cours de l'année 2019/2020 une production évaluée à 15,6 millions de quintaux contre 15,8 millions de quintaux en 2018/2019, soit une baisse timide de 1%. Par variété, la production d'oranges qui constitue 75% de la production nationale est évaluée à 11,7 millions de quintaux, soit une baisse de 2%. La production de citrons a aussi baissé de 2% durant cette année. En revanche les variétés clémentines et mandarines ont vu leurs productions augmentées de 2% et 3% respectivement [16].
- Lors de cette campagne, la production des agrumes s'est établie à 15,1 millions de quintaux, contre 15,6 millions de quintaux au cours de la campagne précédente, soit une baisse de 3,3%. Dans le détail, la production d'oranges qui représente 75% de la production agrumicole a baissé de 3,2%, passant de 11,7 millions de quintaux en 2019/2020 à 11,4 millions de quintaux en 2020/2021. Les productions des autres variétés à savoir : les clémentines, les mandarines et les citrons ont diminué respectivement de 2,7%, 10,5% et 1,5%. En revanche, la production des pamplemousses a progressé de 5,3% durant cette même campagne, soit un volume de 920 quintaux de plus [16].
- La production d'agrumes en Algérie a atteint 18 millions de quintaux pour la saison 2023-2024, marquant une augmentation notable grâce aux wilayas du sud. Les surfaces cultivées augmentent de 5.000 hectares par an, favorisant un retour aux variétés anciennes et réduisant les importations pour la transformation. L'adoption de l'agriculture intensive

et la promotion des contrats avec des unités de transformation et des réseaux de commercialisation sont encouragées. La production en 2022/2023 était de 16 millions de quintaux sur 80.000 hectares, principalement des oranges. L'irrigation avec des eaux usées épurées vise à couvrir 60% des superficies agricoles. L'Algérie compte 309 espèces d'agrumes, avec des efforts pour la conservation et la diversification biologique. Enfin, le premier Salon régional des agrumes réunira 120 exposants de plusieurs wilayas [17].

I.9. Importance économique dans le monde et en Algérie

➤ Dans le monde

L'industrie de l'orange a une grande importance économique dans le monde entier, à la fois pour la production de fruits frais et pour la transformation des oranges en jus d'orange, en conserves et en autres produits dérivés.

Voici quelques faits sur l'importance économique de l'orange dans le monde [18] :

- ✓ Production mondiale : selon les données de la FAO, la production mondiale de l'orange était d'environ 72,2 million de tonnes en 2022, ce qui représente une valeur de plus de 13 milliards de dollars.
- ✓ Exportation : Les principaux exportateurs d'oranges sont l'Espagne, le Brésil, l'Égypte, l'Afrique du Sud et États-Unis. Selon les données de l'UN Comtrade, les exportations d'oranges ont atteint une valeur de plus de 6,7 milliards de dollars en 2020.
- ✓ L'industrie des jus d'orange : le jus d'orange est une grande partie de l'industrie de l'oranger. Selon les données de la Beverage Marketing Corporation, la consommation mondiale de jus d'orange a atteint 14,7 milliards de litres en 2019.
- ✓ Emplois : l'industrie de l'orange emploie des millions de personnes dans le monde entier, notamment des agriculteurs, des travailleurs saisonniers, des travailleurs de transformation et de distribution, ainsi que des employés de l'industrie des jus d'orange.

➤ En Algérie

L'orange est une culture importante en Algérie et représente une source importante de revenus pour l'économie du pays. Voici quelques points clés sur l'importance économique de l'oranger en Algérie [18].

- ✓ Exportation : L'Algérie est l'un des principaux exportateurs d'agrumes dans le monde, avec une production d'environ 2,5 millions de tonnes d'oranges chaque année. Les exportations d'agrumes représentent une part importante

des exportations totales de l'Algérie, ce qui montre l'importance économique de cette culture.

- ✓ Emplois : l'oranger est une culture qui nécessite beaucoup de main-d'œuvre, et elle génère donc de nombreux emplois dans les régions où elle est cultivée. En Algérie, l'industrie de l'agrumiculture emploie environ 500 000 personnes, selon certaines estimations.
- ✓ Contribution à l'agriculture : l'agriculture représente une part importante du PIB algérien, et l'oranger contribue grandement à cette industrie. La culture de l'oranger a un effet multiplicateur sur l'économie locale, car elle nécessite des intrants tels que des engrais, des pesticides et de l'eau, qui sont produits et vendus localement.
- ✓ Impact sur les prix des produits alimentaires : L'Algérie est un pays importateur net de produits alimentaires, et les fluctuations des prix des produits alimentaires peuvent avoir un impact significatif sur l'économie algérienne. La culture de l'orange et la production d'agrumes locaux permettent de réduire la dépendance du pays aux importations alimentaires et de stabiliser les prix des produits alimentaires.

I.10. Utilisation des écorces d'agrumes dans l'industrie alimentaire

L'application des écorces d'orange dans l'industrie agroalimentaire est schématisée sur la **figure I.3** :

✚ Récemment les huiles essentielles sont largement utilisées dans les industries agroalimentaires et les industries de l'emballage comme agent antioxydant et antibactérien grâce à leurs propriétés antimicrobiennes naturelles.

Les huiles essentielles d'agrumes sont utilisées dans de nombreuses industries alimentaires comme ingrédients aromatisants. Les huiles essentielles sont principalement récupérées à partir d'écorces d'agrumes, volatiles et semi-volatiles.

✚ Applications des écorces d'agrumes dans l'industrie alimentaire comme colorant alimentaire, les colorants naturels sont largement utilisés dans les produits alimentaires comme alternatives aux colorants synthétiques. Ces biopigments extraits des écorces d'agrumes sont largement utilisés dans les boissons et produits de boulangerie.

✚ Le zeste d'agrumes comme agent aromatisant alimentaire : La saveur est l'un des facteurs les plus critiques qui régissent la demande des consommateurs pour divers

produits alimentaires. Bien que les arômes synthétiques soient largement utilisés dans l'industrie alimentaire, les arômes dérivés de sources naturelles ont gagné d'importance [2].

- Les écorces d'agrumes sont une source riche en pectine qui est une substance cruciale dans l'industrie alimentaire car c'est un agent gélifiant, épaississant et stabilisant ; qui est souvent utilisé dans la production de confitures, de gelées de marmelades et de sauces alimentaires [19].

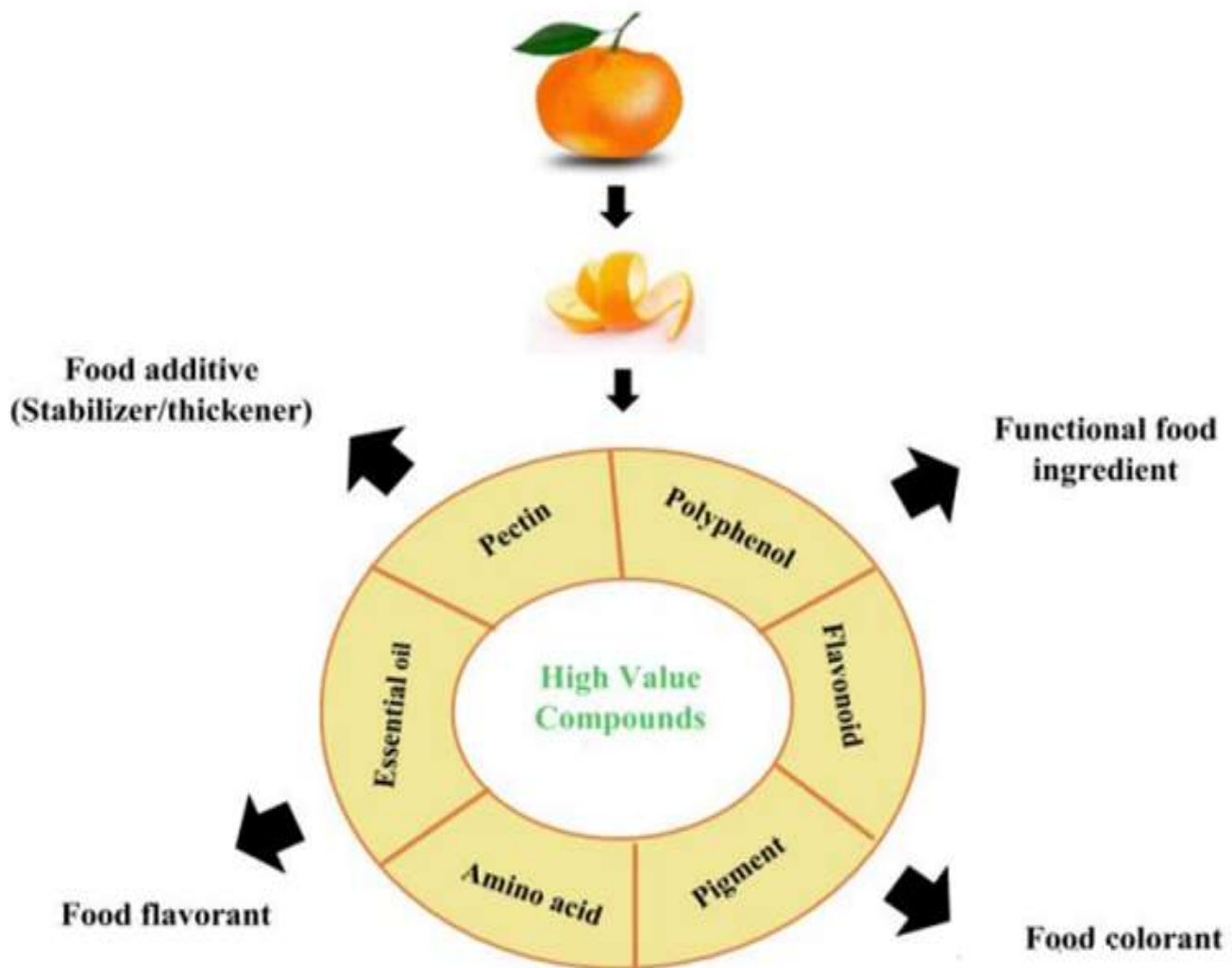


Figure I.3 : Applications des écorces d'orange dans l'industrie agroalimentaire [2]

Chapitre II
Revue bibliographie sur la
pectine

Chapitre II- Revue bibliographie sur la pectine

II.1. Définition de la pectine :

Les pectines sont des polysaccharides structuraux de la paroi cellulaire végétale composés principalement d'unité d'acide galacturonique présentant des variations de composition, de structure et de poids moléculaire. Ce polysaccharide est souvent associé à d'autres composants de la paroi cellulaire tels que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. En générale, les pectines sont situées dans la paroi cellulaire primaire et la lamelle moyenne de nombreuses plantes [20]. La figure II.1 illustre la situation de la pectine au niveau de la paroi cellulaire du fruit.

La pectine a été découverte pour la première fois dans le jus de pomme par Vauquelin (1790), et nommée par Henri Braconnot (1825), empruntant au mot grec « pektikos » qui signifie se figer ou se solidifier [21].

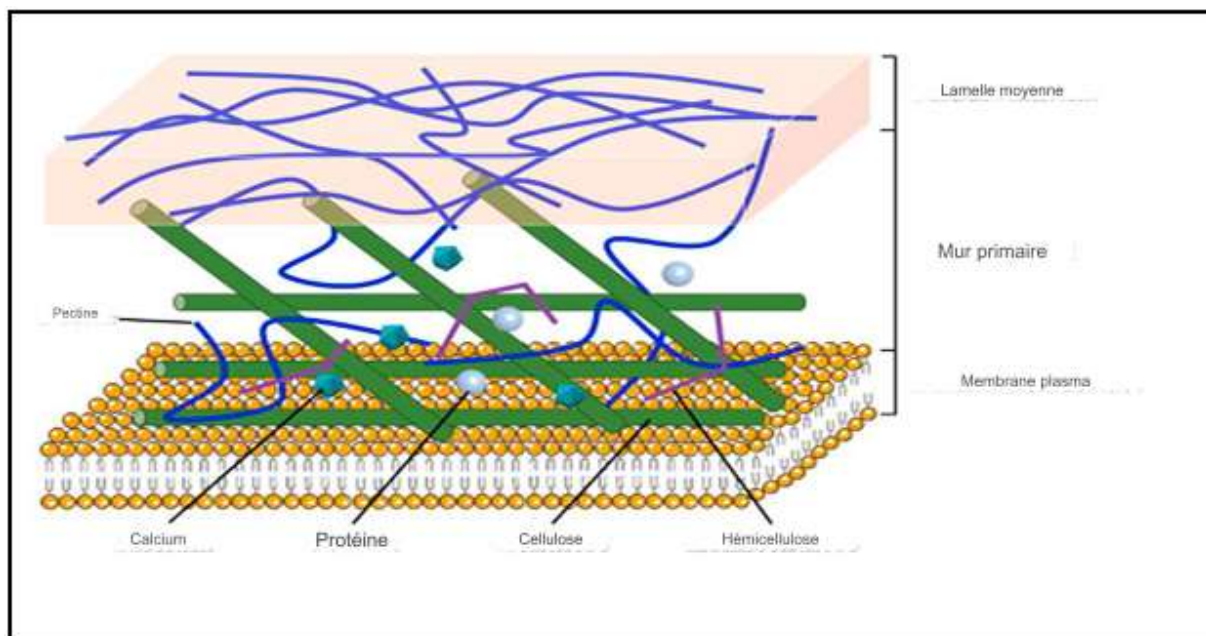
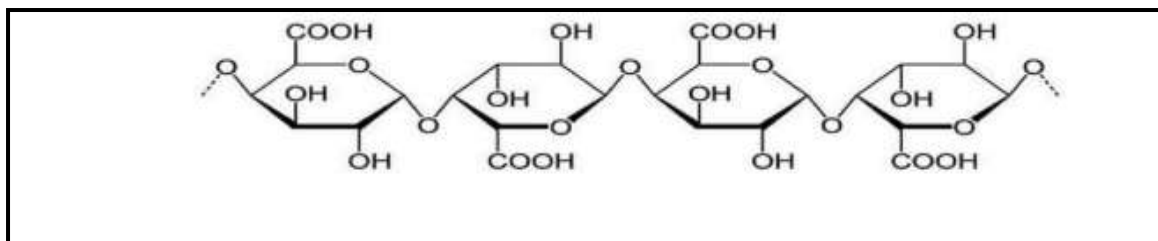


Figure II.1 : Situation de la pectine au niveau de la paroi cellulaire du fruit [22]

II.2. Structure moléculaire de la pectine :

L'unité fondamentale de la structure complexe de la pectine est composée d'acide D-galacturonique (GalA), un acide sucré produit par l'oxydation du D-galactose. Les unités (GalA) sont interconnectées par une liaison galacturonosyle α -1 $\rightarrow$ 4, interposée par des fragments L-rhamnose provoquant une discontinuité conformationnelle dans les chaînes d'acide poly-galacturonique [23]. La structure de la pectine est illustrée sur la Figure II.2.



FigureII.2 : Structure de la pectine [24]

Les chaînes de pectine peuvent être clairement divisées en « régions lisses », un squelette anionique linéaire avec des régions n'ayant pas de chaînes latérales, et des « régions poilues », des régions avec des chaînes latérales non ioniques. Elles peuvent également être classées par formes polymériques [25] :

II.2.1. Homogalacturonane (HG) :

L'HG, également connue sous le nom de « région lisse », est un homopolymère linéaire d'acide D-galacturonique lié en α -1,4, et partiellement méthyle-estérifié au niveau du carboxyle C₆ et O-acétylé au niveau de l'O-2 et/ou de l'O-3 [26], est constitué d'environ 100 monomères d'acide galacturonique [27].

L'homogalacturonane représente environ 65% de la molécule de pectine [27].

II.2.2. Rhamnogalacturonane de type I (RG-I) :

RG-I est un hétéropolymère qui représente 20 à 35% de la pectine [28], le squelette principale comporte des unités de (GalA) et de rhamnose. Cette chaîne de disaccharides répétitifs $[\rightarrow 4)\alpha\text{-D-GalA-(1-2)}\alpha\text{-L-rhamnose-(1}\rightarrow)]_n$ peut avoir des chaînes latérales de molécules de L-arabinose et de D-galactose [29].

II.2.3. Rhamnogalacturonane de type II (RG-II) :

Le squelette du rhamnogalacturonane-II est constitué d'au moins 8 résidus d'acide galacturonique liés en α -1, 4, attachés à des chaînes latérales polymères. Les chaînes latérales polymères constituées de 11 à 12 résidus glycosyle et de certains sucres rares.

Le rhamnogalacturonane-II représente environ 10% de la molécule de pectine et présente la complexité structurale la plus élevée en raison des résidus glycosyle liés entre eux par au moins 22 liaisons glycosidique différentes [27].

II.2.4. Xylogalacturonanes (XGA) :

Les Xylogalacturonanes (XGA) sont des homogalacturonanes substitués par un D-xylose-(1-3) lié en β en O-3, qui est à son tour parfois substitué en O-4 par un D-xylose lié en β supplémentaire [20].

La région poilue de la structure de la pectine est constituée de RG-I, RG-II et de Xylogalacturonane (XGA) [28].

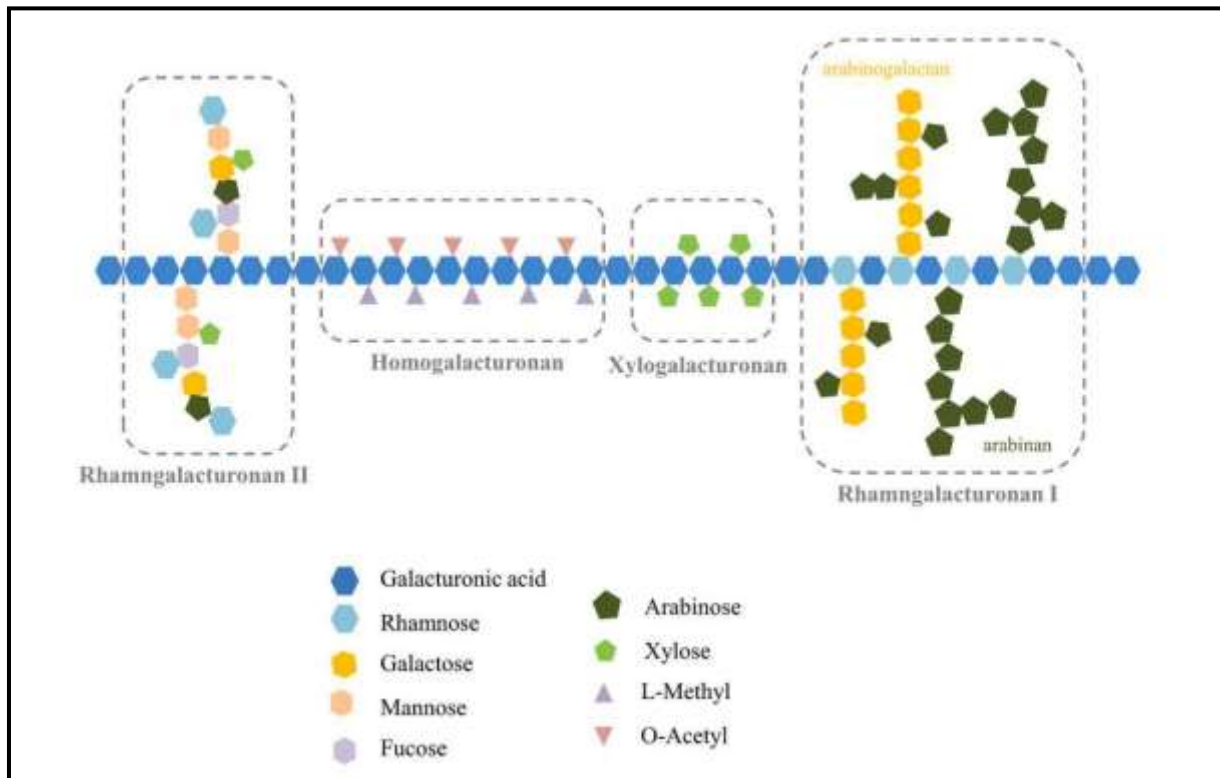


Figure II.6 : Structure schématique des régions typiques de la pectine [30]

II.3. Classification :

Les pectines peuvent être classées selon leur degré de méthylation (DM) exprimé en pourcentage, qui correspond au nombre de fonctions carboxyliques méthylées pour 100 unités d'acide galacturonique dans la chaîne principales. Selon leur degré de méthylation, on distingue [31] :

- Pectine à haute teneur en méthoxyle (HM) avec un DM >50%, principalement présente dans la nature sous forme de pectine native.

- Pectine à faible teneur en méthoxyle (LM) avec un DM <50%, cette pectine LM n'est obtenue qu'après déméthylation par traitement enzymatique (méthylestérases) ou alcalins de la pectine HM.

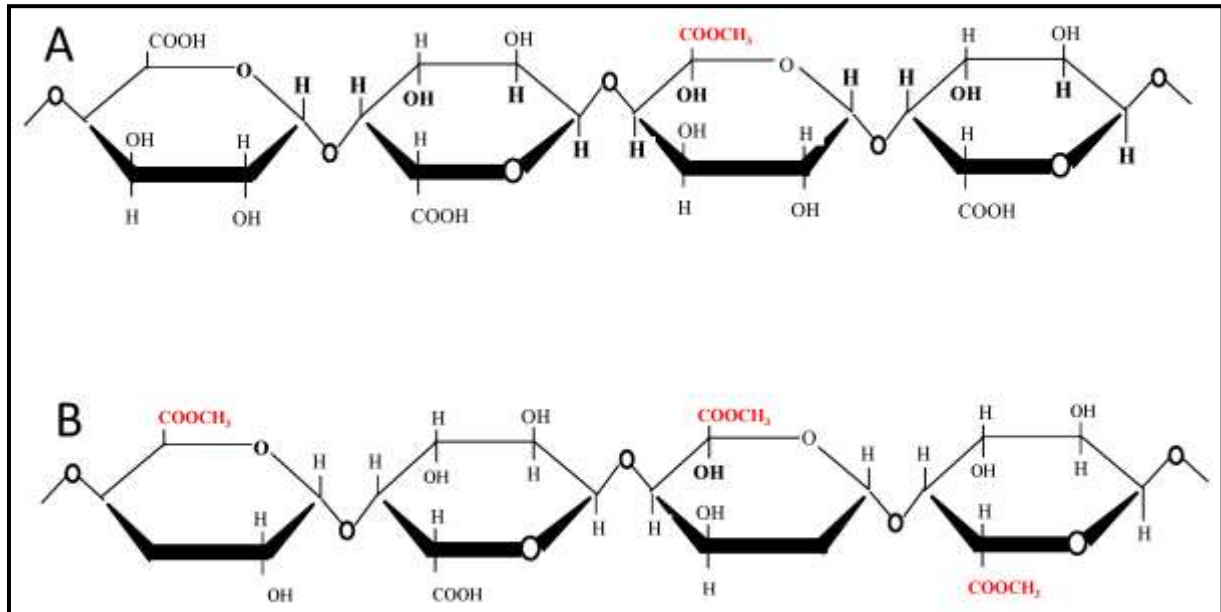


Figure II.7 :(A) Structure de pectine à haute teneur en méthoxyle et (B) à faible teneur en méthoxyle [31]

II.4. Principales sources de la pectine :

La pectine peut être obtenue à partir de différentes sources végétales [24]. A l'échelle industrielle, la pectine est extraite principalement des écorces d'agrumes (85%), du marc de pomme (14%) et de betterave (1%). Or, les études actuelles rapportent que la pectine peut être extraite de nombreux sous-produits de l'industrie agroalimentaire, permettant de valoriser les déchets agro-industriels. Certains de sous-produits explorés ces dernières années sont les écorces de fruit de la passion, les écorces de mangue, le marc de raisin, la pulpe de pomme de terre, les écorces de pastèque, coques de cacao, les écorces de grenade, les écorces de citrouille et les écorces de papaye [32].

II.5. Propriétés physico-chimiques des pectines :

II.5.1. Solubilité :

La quantité et la répartition des groupes hydrophiles et hydrophobes dans la structure de la pectine, déterminent ses propriétés de solubilité. Généralement, la solubilité croissante pourrait être provoquée par une diminution de la taille du polymère et une augmentation des groupes esters méthyliques [26].

De plus, la présence de groupements chargés, sur le polymère entraîne des répulsions électrostatiques entre ces groupements chargés, ce qui diminue la formation d'agrégats et facilite la solubilité. L'ionisation de ces groupements se réalise lorsque la pectine est dans une solution au pH supérieure au pKa des fonctions carboxyliques de la pectine ($pK_a \approx 3,5$). Ainsi, un pH supérieur à 5,5 favorise la solubilisation de la pectine. La pectine se solubilise grâce à 3 étapes successives : hydratations, gonflement et dissolution [33].

II.5.2. Viscosité :

La viscosité de la solution de pectine change positivement avec le changement en concentration de pectine dans la solution. Cela est dû à la diminution de la distance intermoléculaire présente entre les molécules de pectine entraînant des liaisons hydrogène comme des interactions intermoléculaires et des enchevêtrements de chaînes polymères. En plus de la concentration en pectine, d'autres facteurs intrinsèques aux bio polymères tels que le degré d'estérification, l'acide galacturonique, la masse moléculaire, et la force ionique, le pH et la température du milieu contribue également à la viscosité de la solution.

La viscosité des gels de pectine est également affectée par le degré d'estérification. Un autre facteur crucial est le poids moléculaire, affectant les propriétés rhéologiques de la pectine dans différents systèmes alimentaires. Par exemple, en faible poids moléculaire de pectine, il existe comparativement moins de sites de jonction, ce qui réduit les interactions de réticulation et modifie ainsi ses propriétés gélifiantes [34].

II.5.3. Emulsification :

Il a été rapporté que la pectine extraite de certains fruits et légumes possède des propriétés tensioactives et émulsifiantes importantes. Deux propriétés essentielles déterminent l'efficacité émulsifiante de la pectine notamment l'activité émulsifiante (EA) et la stabilité de l'émulsion [26].

Il a été souligné que la première suggestion de la pectine comme agent émulsifiant potentiel pour des applications alimentaires a été proposée en 1927. Dans un manuscrit plus

récent, Goldner (1942) a rapporté le succès de l'utilisation de la pectine seule pour rendre les émulsions d'huile de foie de morue stables pendant au moins trois semaines et émulsions permanente d'huile minérale. Depuis, de nombreuses études ont été consacrées à la compréhension des propriétés interfaciales des pectines. Il est pleinement admis que les pectines stabilisent les émulsions par des interactions à la fois stériques et électrostatiques [35].

La stabilisation stérique est généralement attribuée au domaine RG-I de la pectine et la stabilisation électrostatique est attribuée à l'élément structurel HG [26].

II.5.4. Propriétés gélifiantes :

La gélification peut être simplement définie comme le processus qui implique une dissolution partielle et une précipitation partielle des solutions. La formation de gel par la pectine dépend de plusieurs facteurs tels que la structure de la pectine, les concentrations en sucre, le pH, la température et la présence d'agent de réticulation. Les gels sont physiquement caractérisés comme la conséquence de la formation d'un réseau tridimensionnel de molécules polymères réticulées contenant de l'eau et des molécules de soluté [3].

➤ Pectines HM

Les pectines HM ont un degré d'estérification généralement compris entre 50 et 80% et nécessitent des conditions spécifiques pour se gélifier, telles qu'un pH faible (2,5 à 3,5) et la présence de solides solubles ; principalement du saccharose (55 à 75%) ou d'autres co-solutés similaires (par exemple, le sorbitol, l'éthylène, glycol). La fonction de sucre dans la formation des gels est de réduire l'activité de l'eau pour stabiliser les zones de jonction en favorisant les interactions hydrophobes [20].

➤ Pectines LM

Dans les pectines LM, moins de 50% du totale des groupes carboxyle sont estérifiés. Ils sont également plus résistants au pH que les pectines HM mentionnées ci-dessus, et des gels peuvent être obtenus dans une large gamme de pH. Les pectines LM peuvent gélifier en présence de cations divalents, généralement du calcium (Ca^{2+}). Dans ces systèmes, la gélification est due à la formation de zones de jonction intermoléculaire entre des paires de groupes carboxyle dans les régions lisses homogalacturoniques de différentes chaînes en contact étroit [20].

II.5.5. Propriété épaississante :

Les pectines sont des matières épaississantes anioniques. L'ajout de pectine à un produit alimentaire complexe, comme la confiture, modifie la perception de la flaveur, mais l'effet dépend du type de pectine et des composées d'arômes.

Les systèmes contenant de la caséine avec de la pectine ont attiré une attention considérable des chercheurs concernés par le rôle des interactions protéine-polysaccharide en colloïdes alimentaires [36].

II.5.6. Dégradation des pectines :

➤ Dégradation chimique :

Les substances chimiques peuvent se dégrader selon deux principaux mécanismes chimiques [37] :

Le premier type d'entre eux est la désestérification, avec libération de méthanol et formation de pectates. En milieu acides (pH compris entre 1 et 3), à des températures inférieures à 10°C, la désestérification prédomine (**Figure II.9**)

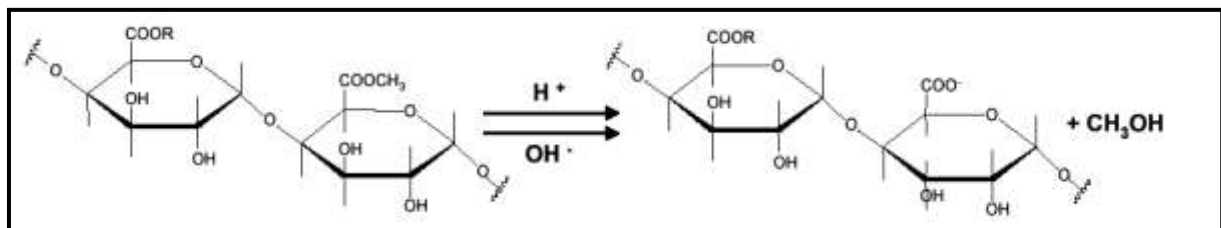


Figure II.9 : Réaction de désestérification [37]

L'autre mécanisme, appelé une dépolymérisation (diminution de la taille de la chaîne polymère) peut se produire en raison d'hydrolyse (acide ou enzymatique) des liaisons $\alpha(1-4)$, ou par réaction β -élimination (**Figure II.10**).

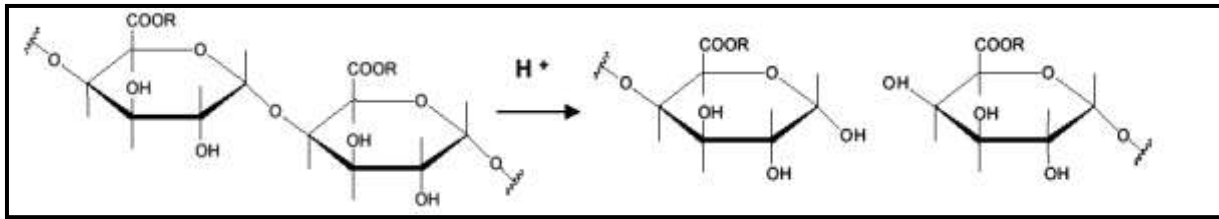


Figure.II.10 : Réaction de dépolymérisation par hydrolyse [37]

En β -élimination, l'hydrogène en C5, plus acide à cause de groupe ester le méthyle est attaqué par l'ion hydroxyde, entraînant un transfert d'électrons conduisant à la rupture de la liaison glycosidique et formation entre C4 et C5 une double liaison (**Figure II.11**).

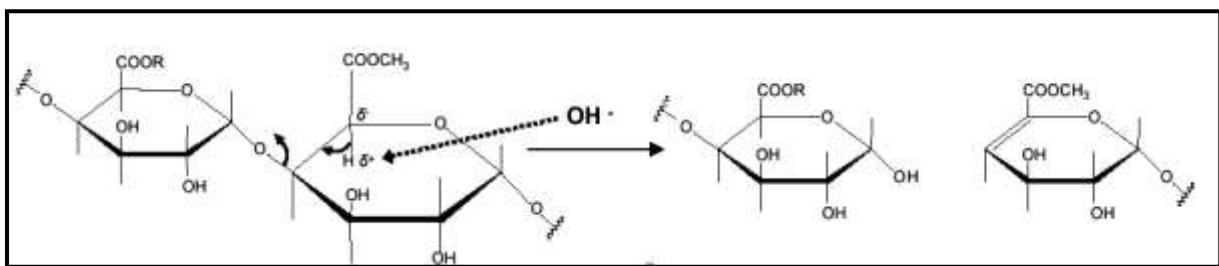


Figure.II.11 : Réaction de dépolymérisation par β -élimination [37]

➤ Dégradation enzymatique :

Les substances pectiques sont également dégradées par les enzymes synthétisées par des plantes ou des micro-organismes. Dans ce cas, la dégradation peut suivre deux voies principales [37] :

- Déméthylation préalable par la pectine estérase, suivie d'une hydrolyse des liaisons acides $\alpha(1-4)$ par des polygalacturonases ;
- Dépolymérisation directe de pectines par réaction de β -élimination sous l'action de pectine lyases et pectates lyases d'origine microbienne.

II.6. Extraction de la pectine :

✧ Préparation pré-extraction :

Un prétraitement des résidus agro-industriels est normalement nécessaire avant l'extraction proprement dite de la pectine. Certains de ces processus, bien que facultatif, contribuent également de manière significative à la qualité et à la quantité finale de la pectine extraite [4] :

Dans un premier temps, les résidus agro-industriels sont triés et nettoyé pour éliminer les matières indésirables mélangées aux résidus agro industriels, car les contaminants pourraient réduire l'efficacité de l'extraction.

Un lavage à l'eau ou à l'alcool est généralement suffisant, mais le lavage à l'acide pourrait améliorer le rendement en pectine.

Le séchage des matières premières est également recommandé, car un excès d'eau pourrait réduire la teneur en solvant.

Le broyage des matières en une poudre fine pour augmenter la surface d'extraction.

II.6.1. Méthodes d'extraction conventionnelles :

Les méthodes d'extraction conventionnelles de pectine les plus connu sont les extractions à l'eau chaude et à l'acide. Cependant, la technique d'extraction par solvant acide minéral est la meilleure méthode comparée à celle de l'extraction à l'eau chaude. Divers acides tels que l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique, l'acide nitrique, l'acide citrique, l'acide acétique et l'acide benzoïque sont utilisé pour l'extraction de la pectine [24].

II.6.2. Nouvelles méthodes d'extraction :

Les méthodes traditionnelles d'extraction de pectine présentent certaines limites, notamment la nécessité d'une grande quantité de solvant, un temps d'extraction plus long la dégradation de la pectine cible et des impacts potentiels sur l'environnement.

Ces limitations peuvent être résolues grâce à l'utilisation des techniques d'extraction avancées telles que [38] :

- Extraction assistée par micro-onde (MAE) ;
- Extraction assistée par ultrasons (EAU) ;
- Extraction assistée par des enzymes (EAE) ;
- Extraction d'eau supercritique (SCWE) ;
- Extraction ohmique assistée par chauffage (OHAE) ;
- Extraction assistée par plasma froid (CPAE) ;
- Extraction par chauffage par induction électromagnétique (EIH) ;
- Extraction sous haute pression (HPE).

II.7. Application de la pectine :

La pectine est un additif alimentaire multifonctionnel (E440), extrêmement sûr, sans limite d'apport quotidien. Il est largement utilisé dans les industries alimentaires et pharmaceutiques, en raison de ses propriétés fonctionnelles, et de nouvelles applications potentielles dans différents secteurs sont en croissance [35].

II.7.1. Industrie alimentaire :

- La pectine est un composant naturel ; son utilisation est donc considérée comme sûre dans tous les pays. Il est recommandé comme ingrédient sûr comme additif sans aucune limite d'apport journalier par le comité mixte FAO/OMS [34], est généralement utilisée dans l'industrie alimentaire comme agent gélifiant, épaississant, stabilisant, et émulsifiant [32].

La pectine était initialement utilisée principalement dans la transformation des confitures, gelées et marmelades. Récemment, la pectine a gagné une importance dans les produits alimentaires tels que les garnitures de boulangerie, les boissons gazeuses, les boissons aux fruits, les confiseries, les conserves, les produits laitiers et les glaçages [34].

- Une autre application majeure de la pectine dans l'industrie alimentaire est la production de matériaux d'emballage et d'enrobages comestibles. Sa capacité à former des gels et des films explique son utilisation dans le développement d'emballage biodégradables ou d'enrobages comestibles pour la conservation des aliments [32].

II.7.2. Utilisations thérapeutiques et pharmaceutiques

Les propriétés biologiques de la pectine permettent son application dans l'industrie pharmaceutique en étant formulé dans des médicaments. Etant antibactérien, prébiotique, antioxydant avec des propriétés antiglycationnelles de la pectine contribuent également à sa prise en compte dans le secteur pharmaceutique [34].

Des études citent la pectine comme un polysaccharide aux effets prometteurs sur la santé, exploré pour l'administration de médicament, la cicatrisation des plaies, la réduction du cholestérol, activités anticancéreuses [32].

II.7.3. Autres applications

Outre les applications alimentaires et pharmaceutiques, la pectine est également utilisée [34]:

- Dans la biodisponibilité des métaux dans le corps.
- Elimination des métaux dans l'eau.
- En ingénierie tissulaire.

Chapitre III
Matériels et méthodes
d'analyses

Chapitre III – Matériels et méthodes d'analyse

Ce travail a été réalisé au niveau du Laboratoire des procédés membranaires et des techniques de séparation et de récupération (LPMTSR). Ce chapitre est consacré à la présentation du matériel, protocole expérimental et techniques d'analyses utilisées au cours de ce travail. Il est divisé en trois parties :

III.1. Présentation du matériel

III.1.1. Matériel végétal

La matière végétale utilisée dans cette étude est la poudre d'écorces des oranges (*Citrus Sinensis*) récoltées dans la région de Boufarik-Algérie durant la période du mois de mars 2024.

La poudre a été préparée selon la procédure suivante :

a) Lavage et découpage :

Les oranges ont été bien lavées avec de l'eau, brossées afin d'éliminer les poussières et les saletés. Sont par la suite séparés les écorces et découpées en petits morceaux.

b) Séchage :

Les écorces ont été séchées dans une étuve à 50°C jusqu'à une masse constante.

c) Broyage :

Après le séchage, les écorces ont subi un broyage afin d'obtenir une poudre fine.

- La poudre est conservée dans des bocaux en verre à l'abri de la lumière et placés dans un dessiccateur pour éviter son humidification.

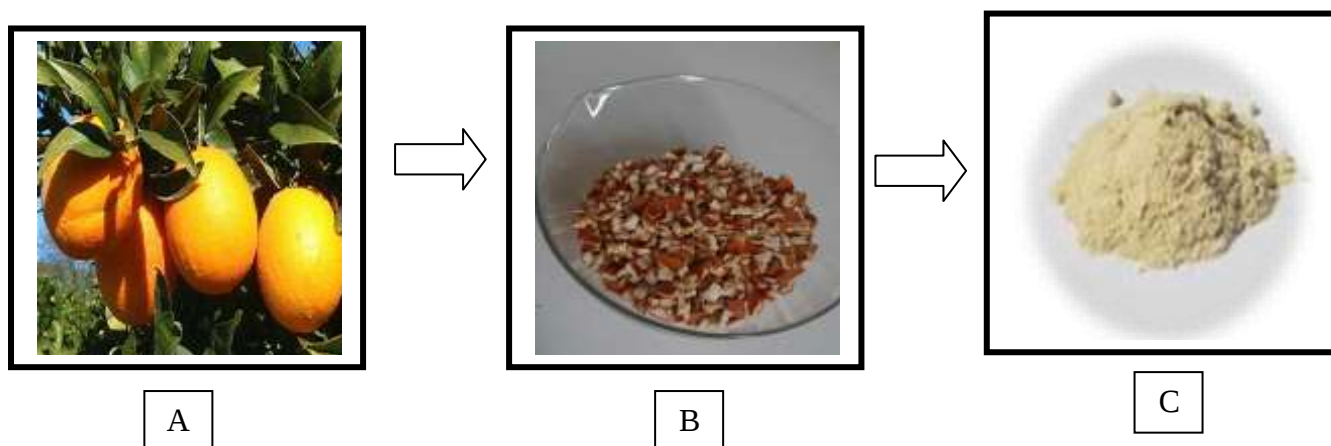


Figure III.1 : Etapes d'obtention de la poudre d'écorce d'orange (A : Oranges/ B : écorces Séchées/ C : Poudre).

III.1.2. Matériel :

La liste de matériel utilisée lors des manipulations est la suivante :

- Pipette pasteur
- Micropipette
- Fiole jaugée de 100 ml
- Becher de 200 ml, 250ml
- Eprouvettes de 10 ml ,100 ml et 200
- Entonnoir
- Papier filtre
- Thermomètre
- Verre de montre
- Dessiccateur
- Tubes gradués de 15 ml

III.1.3. Appareillage et logiciels utilisés :

- Les logiciels utilisés sont : *Excel, IRsolution, origin 2018*
- Les appareils utilisés sont :
 - Agitateur avec plaque chauffante *IKA LABORTECHNIK*
 - Centrifugeuse *HETTICH EBA III*
 - Une pompe de filtration *ILMVAC*
 - pH mètre *STARTER3100*

- Etuve *MAMMERT*
- Une balance analytique *RADWAG PS 600/C/2*
- Un broyeur *RETSCH ZM 200*
- Microscope infrarouge *THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10*
- Spectrophotomètre Infrarouge *SHIMADZU FTIR-8400 S*

III.1.4. Produits chimiques :

Dans le tableau III.1 sont consignés des produits chimiques utilisés pour la réalisation des expériences :

Tableau III.1 : Réactifs utilisés

Réactifs	Masse molaire (g/mol)	Pureté %	Formule chimique
Acide citrique	192.13	99.5 %	$C_6H_8O_7$
Ethanol	/	96 %	C_2H_5OH

✓ Acide citrique :

L'acide citrique (AC, ou acide 2-hydroxy-propane-1,2,3-tricarboxylique) est un acide organique naturel qui est généralement extrait des agrumes par fermentation [39]. L'acide citrique est incolore, facilement soluble dans l'eau, il est biodégradable, écologique, économique, sûr et polyvalent pour la séquestration, le tampon, le mouillage, le nettoyage et la dispersion [40].

Dans l'industrie alimentaire, le AC est la principale acidulant alimentaire utilisé pour prévenir la détérioration oxydative du goût et de la couleur des produits tels que les gelées, les sucreries et les boissons gazeuses, pour être utilisé comme additif alimentaire, il doit avoir une pureté de 99,5% [41].

III.2. Protocole expérimental :

III.2.1. Extraction de la pectine :

L'extraction de la pectine a été réalisé par la méthode d'extraction hydrolyse en milieu acide. Différentes solutions ont été préparées à des diverses valeurs de pH, utilisées comme solvant d'extraction.

3g de poudres d'écorces est mise en contact avec le solvant d'extraction. La température, le temps et la vitesse d'agitation sont variés pour l'étude de leurs effets.

Après extraction, le mélange est rapidement transféré dans des tubes pour centrifugation, et placé dans un bain d'eau froide pour un refroidissement rapide.

Les tubes sont ensuite placés dans une centrifugeuse (HETTICH EBAIII) ou ils sont centrifugés à une vitesse de 9000 tr/min.

Le volume de premier filtrat est mesuré et enregistré en tant que V filtrat (V_f (ml)).

Dans l'étape suivante, le filtrat est coagulé avec de l'éthanol.

III.2.2. Purification de la pectine :

La pectine coagulée est séparée par centrifugation, lavée avec de l'éthanol pour se débarrasser des impuretés, la pectine est obtenue est sous forme de gel.

III .2.3 Séchage de la pectine :

Le gel obtenu est séché dans une étuve (MEMMERT) à 50°C jusqu'à une masse constante.

La pectine séchée est pesée avec une balance analytique (RADWAG PS 600/C/2).

La **Figure III.2** schématise les différentes étapes qui constituent le protocole expérimental de l'extraction de la pectine.

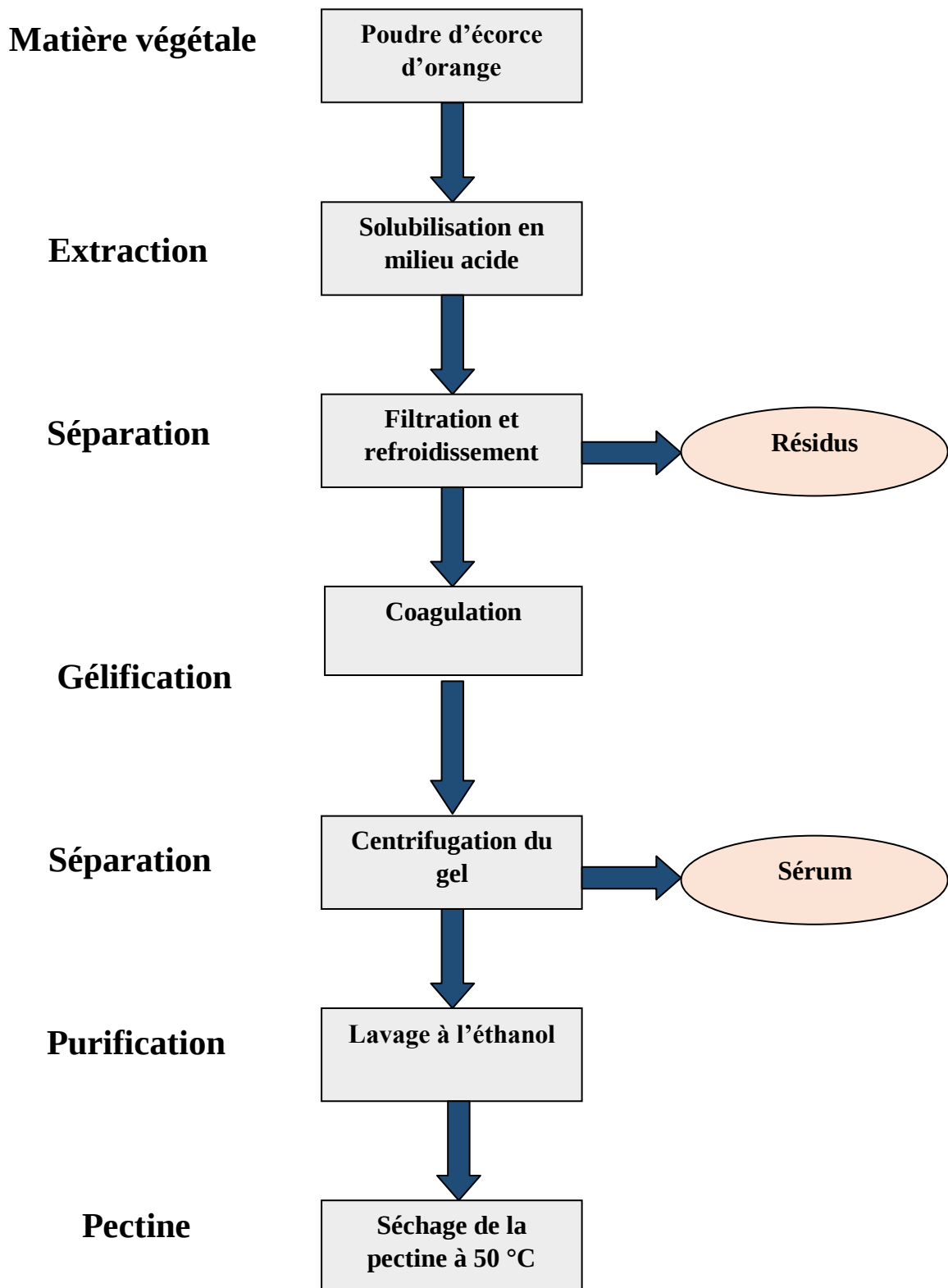


Figure III.2: Protocole d'extraction de la pectine.

III.3.3. Spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier de la poudre d'écorce d'orange et de la poudre de pectine :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique d'analyse utilisée en chimie et en physique pour étudier les vibrations moléculaires. Elle repose sur le principe fondamental selon lequel les molécules absorbent à certaines longueurs d'onde spécifiques de la lumière infrarouge, ce qui permet de caractériser leur structure et leur composition.

Le spectre infra-rouge est étudié dans une gamme de fréquence allant de 4000 à 400 cm^{-1} . Les bandes les plus caractéristiques se distinguent dans trois régions différentes

- 4000 cm^{-1} à 1500 cm^{-1} : contient les bandes d'élongation correspondant au principal groupement OH, CO, NH_2 etc.
- 1500 cm^{-1} à 600 cm^{-1} : c'est une région complexe appelée empreinte digitale du composé, dans laquelle se situe de nombreuses vibrations de déformation ainsi que des bandes d'élongations des liaisons CO tel que les esters, les éthers et alcools.
- 1000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} : c'est une zone très utilisée pour la détermination des structures éthylique et aromatique.

Les spectres IR de la poudre d'écorces d'orange et de pectine ont obtenus par utilisation d'un spectrophotomètre de type SHIMADZU FTIR -8400 S, connecté à un ordinateur muni d'un logiciel de traitement *IRsolution*.

La poudre a d'abord été mélangé avec du KBr, ensuite pressée à l'aide d'un compresseur à 70 Kn pour former une pastille, cette dernière est utilisée pour l'analyse spectroscopique [5].

III.4.3. Analyse microscopique de la pectine :

L'utilisation d'un microscope infrarouge représente une avancée majeure dans le domaine de l'analyse des matériaux. Grâce à sa capacité à visualiser et à caractériser les échantillons à des longueurs d'onde infrarouges, ce microscope offre des informations précieuses sur la composition, la structure et les propriétés des matériaux.

Le microscope infra-rouge *THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10* est utilisé pour l'enregistrement des images à l'échelle microscopique de la pectine obtenue après séchage. Cette dernière est placée sur une lamelle ou une lumière IR est projetée sur le produit afin de mieux visualiser la couleur, la texture ... [5].

Chapitre IV

Résultats et discussion

Chapitre IV-Résultats et discussions

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats de cette étude qui concerne l'extraction de la pectine à partir des écorces d'oranges. Les discussions de ces résultats sont également incluses.

IV.1. Etude de la variation des paramètres fondamentaux sur l'extraction de la pectine

Dans cette étude nous avons utilisé la poudre d'écorce d'orange récolté à Boufarik-Algérie comme source de pectine. Cette poudre a été obtenue à partir des écorces séchées, broyées et tamisées ; seule la fraction de diamètre 0,2 mm est retenue pour notre étude. Après extraction et centrifugation, la pectine coagulée et purifiée est obtenue sous forme de gel. Ce dernier est par la suite séché et conservé.

IV.1.1 Calcul du rendement d'extraction de la pectine en %

Le rendement d'extraction de la pectine est calcul à l'aide de l'équation suivante :

$$Y\% = \frac{mP}{mE} \cdot 100$$

Y : le rendement en pectine en %

MP : Masse de la pectine sèche en gramme

ME : Masse de la poudre d'écorce d'orange en gramme

IV.2.Effet des paramètres fondamentaux sur le rendement de la pectine

IV.2.1. Effet du temps sur le rendement d'extraction de la pectine

Nous avons fixé le pH à 1,5, la température à 80°C, la vitesse d'agitation à 600 tr/min et nous avons varié le temps dans l'intervalle de 15 à 120 min.

Les résultats de l'effet du temps sur le rendement d'extraction de la pectine sont représentés sur le **Tableau IV.1** et la **Figure IV.1**.

Tableau.IV.1 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage en fonction du temps.

t (min)	15	30	60	75	90	105	120
Masse avant séchage (g)	6,5554	14,0015	11,6003	14,9284	15,8802	11,2915	15,3541
Masse après séchage (g)	0,6441	1,2215	1,0628	1,1917	1,5295	1,4859	1,7199

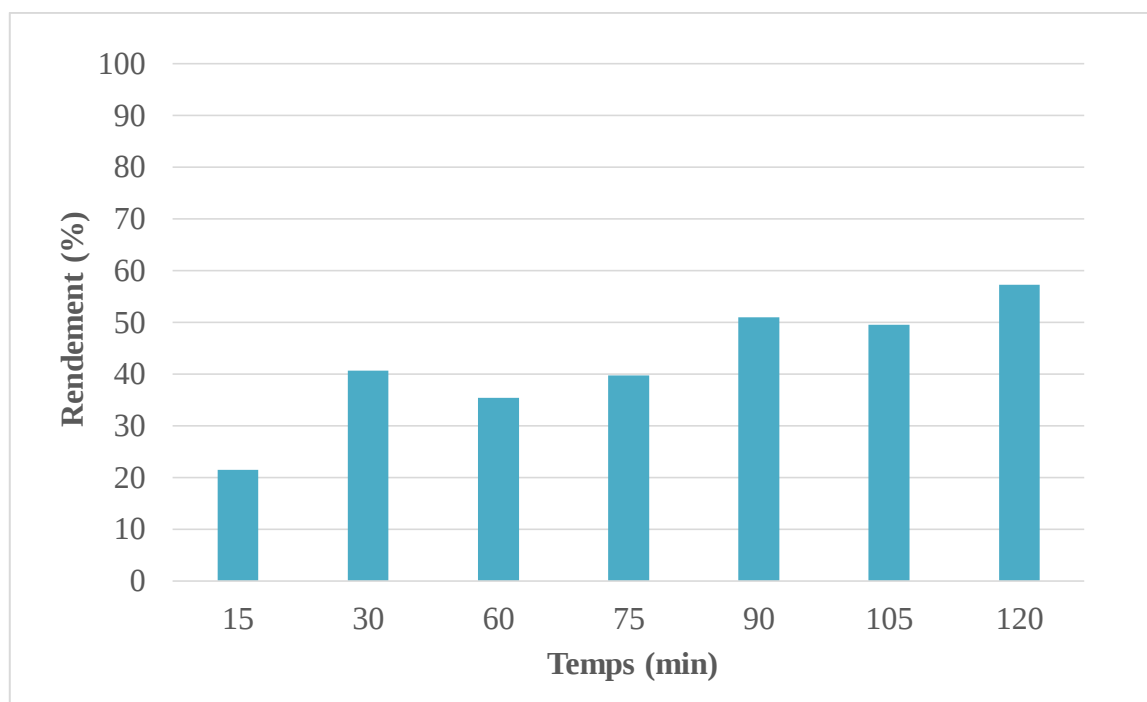


Figure IV.1 : Effet du temps d'extraction sur le rendement d'extraction de la pectine.

- Ces résultats montrent que le temps optimal est de 120 min, il correspond aux conditions les plus favorables pour l'obtention du rendement le plus élevé (57,33%).
- Une étude déjà réalisée sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron a révélé un rendement de 56,71% à un temps d'extraction de 67,5 min [19].

- Une autre étude sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron (Citrus Limon) et son utilisation dans la production de confiture de pastèque a montré qu'un rendement de 20,4% est obtenu à un temps d'extraction de 60 min [42].

IV.2.2. Effet de la température sur le rendement d'extraction de la pectine

L'étude de l'effet de la température sur le rendement en pectine, est réalisée en faisant varier la température entre 40 et 90°C. Le temps de contact est fixé à 120 min, le pH=1,5 et la vitesse d'agitation à 600 tr/min

Les résultats obtenus sont illustrés dans le **Tableau IV.2** et la **figure IV.2**

Tableau IV.2 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage en fonction de la température.

T (°C)	40	50	60	70	80	90
Masse avant séchage (g)	4,8385	6,5801	9,7819	11,2075	15,3541	12,3669
Masse après séchage (g)	0,5215	0,6543	0,8043	1,1207	1,7199	1,1986

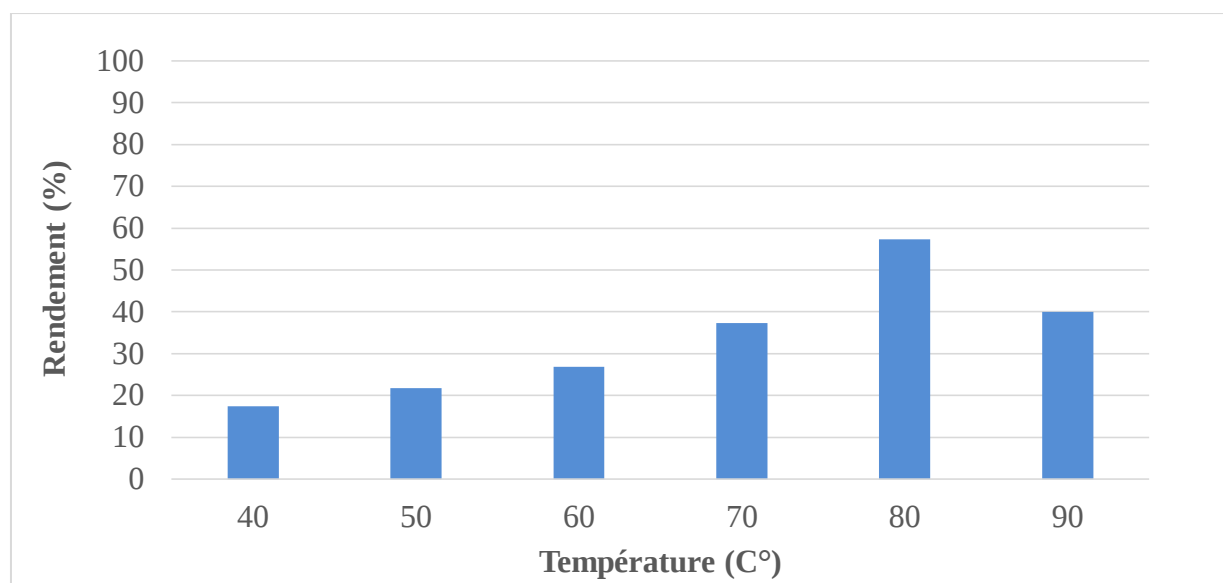


Figure IV.2 : Effet de la température sur le rendement d'extraction de la pectine.

- La **Figure IV.2** illustre l'influence sur la température sur le rendement d'extraction de la pectine. Les rendements augmentent avec la température, atteignant un maximum de 57,33% à 80°C. Au-delà de cette température, le rendement diminue, atteignant 39,59 % à 90°C. Cela est probablement dû au fait que la pectine est une substance thermosensible, des températures trop élevées peuvent entraîner sa dénaturation et la perte de ses propriétés gélifiantes.
- Ces résultats montrent une température optimale de 80°C avec un rendement élevé de 57,33% sans dégradation apparente de la pectine.
- Les résultats d'une étude menée sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron (Citrus Limon) et son utilisation dans la production de confiture de pastèque, ont montré qu'un rendement de 20,4% est obtenue à T=80°C [42].
- D'autre part, les résultats d'un travail réalisé sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron, ont révélé un rendement de 56,71% à une température de 65°C [19].

IV.2.3. Effet de la vitesse d'agitation sur l'extraction

L'étude de l'effet de la vitesse d'agitation sur le rendement d'extraction de la pectine, est réalisée en faisant la vitesse de 500tr/min à 900tr/min avec un pH fixé à 1,5 et temps et température fixés à 120min et 80°C, respectivement. Les résultats sont consignés dans le **tableau IV.3** et représentés sur la **figure IV.3**.

Tableau IV.3 : Variation de la masse de la pectine avant et après séchage fonction de la vitesse d'agitation.

V (tr/min)	500	600	700	800	900
Masse avant séchage (g)	7,6415	15,3541	9,6619	10,5978	11,4705
Masse après séchage (g)	0,8785	1,7199	1,1717	1,2405	1,4218

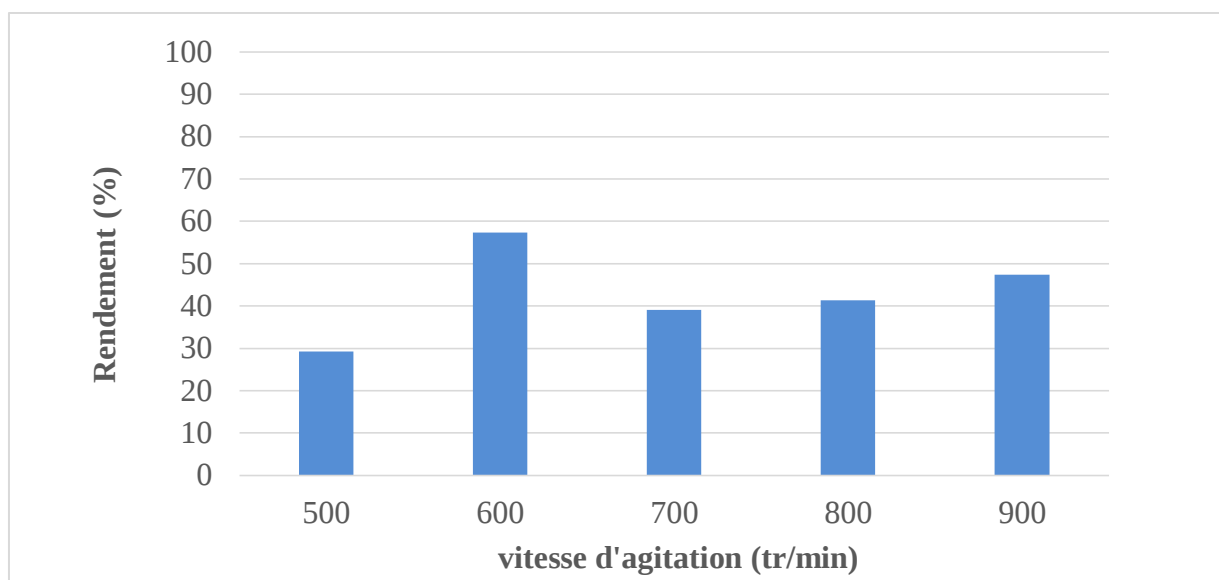


Figure IV.3 : Effet de la vitesse d’agitation sur le rendement d’extraction de la pectine.

- Selon les résultats obtenus, la vitesse d’agitation influe considérablement le rendement de l’extraction de la pectine. Le rendement le plus élevé est 57,35 % enregistré à une vitesse de 600tr/min. Cependant, à des vitesses plus élevées 700, 800 et 900 tr/min, les rendements diminuent, et sont de 39,06 %, 41,35%, et 47,39 % respectivement. Cela peut être expliqué par le fait qu’une agitation excessive peut provoquer la dégradation de la pectine ou une inefficacité supplémentaire dans la libération de pectine.
- La vitesse d’agitation optimale pour l’extraction de la pectine est donc de 600tr/min, offrant un meilleur rendement de 57,35 % aux conditions de temps et température déjà optimisés.

IV.2.4. Effet du pH sur le rendement d’extraction de la pectine

L’étude de l’effet du pH sur le rendement d’extraction de la pectine, est réalisée en fixant le temps, la température et la vitesse selon les études précédentes et en variant le pH de 1,5 à 4,5. Les résultats sont représentés dans le **tableau IV.4** et la **figure IV.4**.

Tableau IV.4 : Variation de la masse de la pectine obtenue avant et après le séchage en fonction du pH.

pH	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5
Masse avant séchage (g)	15,3541	12,0322	10,0500	2,3524	2,1811	1,9472	1,6838
Masse après séchage (g)	1,7199	0,9565	0,4129	0,1752	0,1367	0,1319	0,116

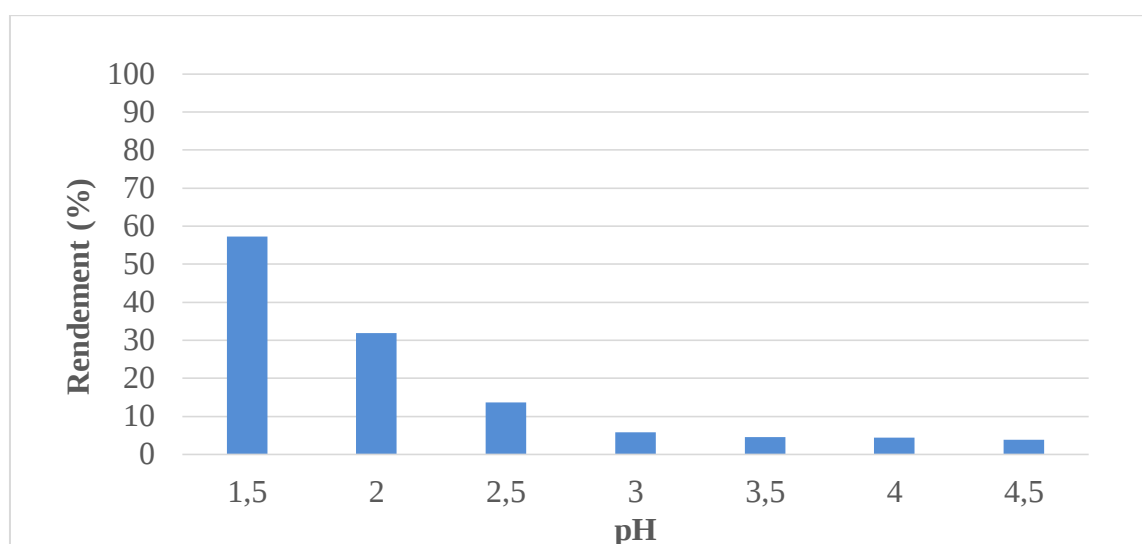


Figure IV.4 : Effet du pH sur le rendement d'extraction de la pectine.

- Les résultats illustrés dans le **tableau IV.4** et la **figure IV.4** montrent clairement que le rendement en pectine est fortement influencé par le pH, le rendement le plus élevé 57,33 % est obtenu à un pH de 1,5 et diminue progressivement avec l'augmentation du pH.
- L'extraction de la pectine est favorable dans un milieu acide ; le pH acide influence positivement le rendement d'extraction de la pectine, cela est lié à l'influence de la solubilité, l'activation enzymatique et la précipitation de la pectine.
- Une étude sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron a montré un rendement de 56,71% obtenu à un pH de 3,5 [19].

- En revanche, une étude sur l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron et son utilisation dans la production de confiture de pastèque a révélé un rendement de 20,4% à un pH de 1,5 [42].
- Les résultats des études déjà publiés [19], [42], ont montré que l'extraction de la pectine est favorisée en milieu acide à pH allant de 1,5 à 3,5, une température [65 à 80°C] et un temps d'agitation de [60 à 67,5 min].
- Dans cette étude, les paramètres du procédés optimaux pour l'extraction de la pectine sont : un pH de 1,5, une température de 80°C, un temps de 120 min et une vitesse d'agitation 600 tr/min, le rendement d'extraction de la pectine est estimé à 57,33 %.
- Les différences observées entre les résultats des différents travaux et ceux obtenus dans la présente étude peuvent être liées à la méthode d'extraction, le solvant d'extraction, le degré de maturation des fruits et les facteurs climatiques et environnementaux.

VI.3. Spectroscopie infra-rouge de Fourier

Les analyses infrarouges constituent un atout majeur pour la détermination de la nature des fibres végétales. Les spectres d'absorption dans l'infrarouge permettent généralement de repérer les groupements fonctionnels présents dans les substances. Dans notre cas, nous avons analysés la poudre d'écorce d'orange et la pectine.

VI.3.1. Spectroscopie infra-rouge par transformée de Fourier de la poudre d'écorce d'orange

Le spectre FITR obtenue pour l'échantillon analysé est présenté sur **Figure IV.5**. Plusieurs bandes d'absorption caractéristiques des composés présents dans la poudre d'écorce d'orange (alcools, alcanes, esters ...) sont observées.

Les attributions des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparaît sur le spectre FITR sont consignées dans le **Tableau IV.5**.

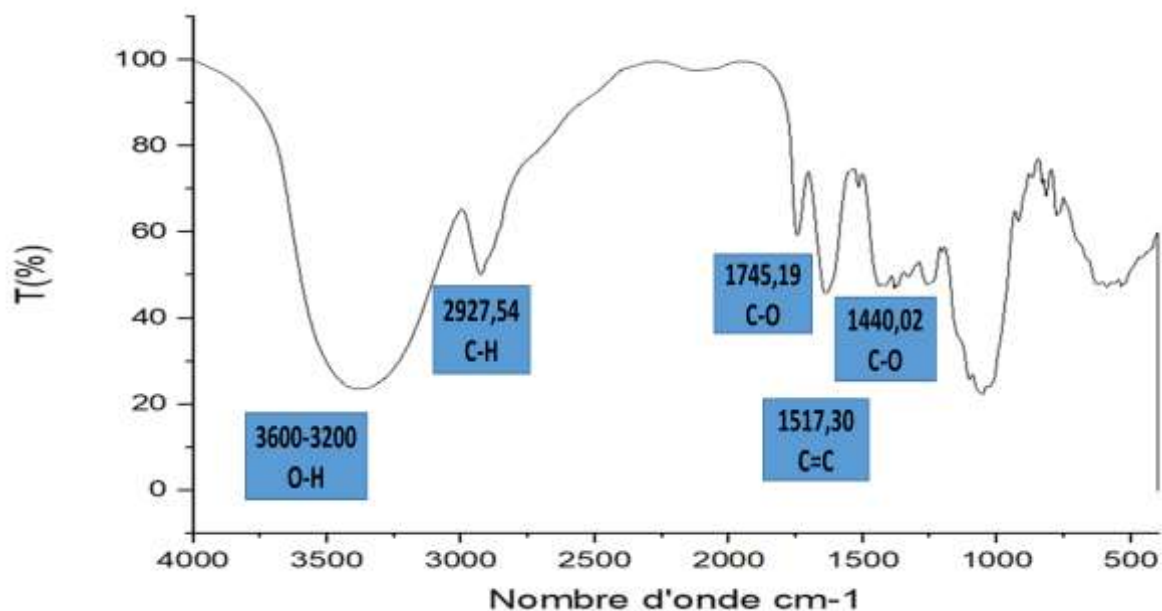


Figure IV.5 : Spectre IR de la poudre d'écorce d'orange

Tableau IV.5 : Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant les constituants de l'écorce d'orange.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Groupe ment	Type de formation
3600-3200	Alcools, phénols	Vibration d'élongation des groupements OH.
2927,54	Alcane	Vibrations de valence de CH ₃ et CH ₂
1745,19	Ester	Vibration de valence du carbonyle ester C=O
1640,04	Amine ou amide	Vibration de valence N-H
1517,30	Composés aromatiques	Vibration de valence C=C

1440,0	Alcool	Vibration de valence de la liaison C-O
1383,48	Amine	Vibration de valence de la liaison C-N

La **Figure IV.5** et le **Tableau IV.5**, montrent les spectres IRTF et les bandes d'absorption obtenues lors de l'analyse de la poudre d'écorce d'orange.

D'après les résultats de cette analyse, on note que :

- ✓ Le spectre fait apparaître une bande d'absorption large aux $3600-3200\text{ cm}^{-1}$ liée aux vibrations d'élongation des groupements OH d'alcool (phénol) qui revient à la présence des composés phénoliques dans l'écorce d'orange.
- ✓ Un pic aux environs de $2927,54\text{ cm}^{-1}$ (alcane C-H) qui est assigné à la vibration de valence des groupes méthyle (CH_3) et méthylène (CH_2). Cela indique la présence de chaînes hydrocarbonées saturées tel que les polysaccharides (glucides) présents dans l'écorce d'orange.
- ✓ Un pic situé à $1745,19\text{ cm}^{-1}$ correspondant une vibration d'élongation des liaisons ($\text{C}=\text{O}$) des esters, qui revient à la présence de l'acide galacturonique présent dans la pectine de l'écorce d'orange.
- ✓ Un pic à $1640,04\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations d'élongation des liaisons (N-H) des amines ou amides. Ces groupes se trouvent dans les protéines et peptides présents dans l'écorce d'orange.
- ✓ Un pic observé à $1517,30\text{ cm}^{-1}$ est associé aux vibrations d'élongation des doubles liaisons ($\text{C}=\text{C}$) des composés aromatiques, comme le limonène, un composé abondant dans l'écorce d'orange.
- ✓ Un pic observé à $1440,02\text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux vibrations d'élongation des liaisons (C-O) qui reviennent à la présence des alcools terpénique comme : le linalol qui est présents dans les huiles essentielles de l'écorce d'orange.
- ✓ Un autre pic observé à $1383,48\text{ cm}^{-1}$, correspond aux vibrations d'élongation de C-N qui est du à la présence des amines dans l'écorce d'orange.

VI.3.2. Spectroscopie infra-rouge de Fourier de la poudre de la pectine

Une étude spectroscopique a été faite pour la poudre de la pectine à pH= 1,5, son spectre est présenté dans la **Figure IV.6** et les composés fonctionnels caractérisant les bandes d'absorption sont illustrés dans le **Tableau IV.4**.

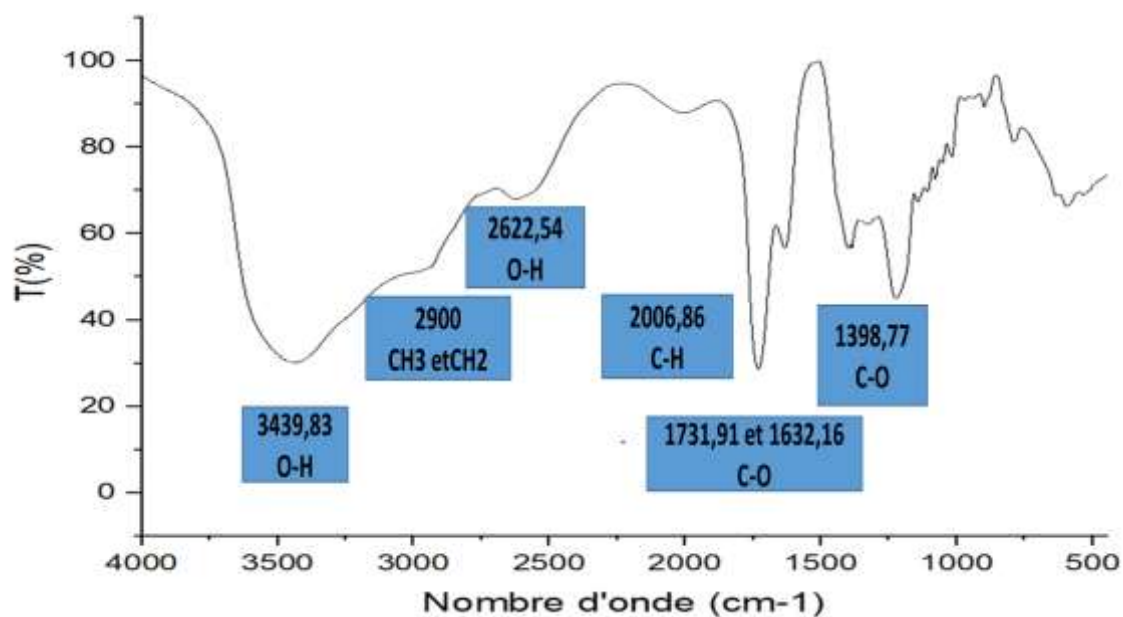


Figure IV.6 : Spectre IR de la poudre de la pectine.

Tableau VI.6 : Bandes d'absorption des groupements fonctionnels caractérisant la poudre de la pectine

Nombre d'onde (cm-1)	Groupe	Type de formation
3439,83	Alcool	Vibration d'élongation du groupement OH
2900	Alcane	Vibration de valence de CH3 et CH2
2622,54	Acide carboxylique	Vibration de valence d'O-H
2006.86	Composé Aromatique	Vibration de valence C-H

1731,91 1632,16	Ester	Vibration de valence du carbonyle ester C=O
1398,77	Alcool	Vibration de valence de la liaison C-O

D'après les résultats des analyses spectroscopique, on remarque que [43] :

- ✓ Un pic autour de $3439,83\text{ cm}^{-1}$ qui est assigné à la vibration d'élongation des groupements OH d'alcool (phénol), indiquant que les pectines contiennent de nombreux groupes hydroxyle en raison de leur structure polysaccharide.
- ✓ Un pic observé à 2900 cm^{-1} est associé aux vibrations d'élongation des groupements CH_3 et CH_2 des alcanes qui reviennent à la présence de l'acide galacturonique dans la pectine.
- ✓ Un pic à $2622,54\text{ cm}^{-1}$ est associé aux vibrations d'élongation des liaisons (O-H) d'acide carboxylique, due aux groupements carboxyliques (COOH) des unités d'acide galacturonique.
- ✓ Un pic observé à $2006,86\text{ cm}^{-1}$ est associé aux vibrations d'élongation C-H dans des composés aromatiques.
- ✓ Deux pics observés à $1632,16$ et à $1731,91\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations d'élongation de la liaison C=O des esters. Les esters méthyliques des groupes carboxyliques sont courants dans la pectine d'orange.
- ✓ Un pic à $1398,77\text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux vibrations de valence de la liaison C-O des alcools.
- ✓ Les pics observés dans l'intervalle $1000\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$ sont dus aux liaisons glycosidiques (C-O-C) des unités de l'acide galacturonique.
- ✓ Plusieurs pics sont également observés de $500\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ qui sont unique pour chaque type de pectine et est donc considéré comme région d'empreinte digitale.

VI.4. Analyse microscopique

✱ Couleur

- ✓ La pectine obtenue est de couleur jaunâtre avant le séchage et marron après, tandis que la couleur habituelle de la pectine industrielle est de couleur blanche [16].

- ✓ Cela revient à l'origine de la pectine : qui dans cette étude est la poudre d'écorce d'orange ou même ça peut être due à des impuretés qui n'ont pas été éliminées pendant l'opération de purification



Figure IV.7 : Image microscopique IR de la pectine extraite à pH 1,5

✱ **Texture**

- ✓ La texture de la pectine change de manière significative avant et après le séchage car elle dépend de plusieurs facteurs, tels que la concentration de la pectine, le pH, la température lors de sa formation.
- ✓ Avant le séchage, la pectine est généralement présente sous forme de gel visqueux, avec une texture légèrement collante au toucher.
- ✓ Par contre après le séchage elle est d'une texture un peu élastique (film) même après un séchage total qui a duré d'une dizaine de jours. Cela revient effectivement à sa nature qui est un polymère.



Figure IV.8 : Pectine avant le séchage (sous forme de gel)



Figure IV.9 : Pectine après le séchage

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre travail a consisté effectivement à étude menée l'influence de quelques paramètres sur le taux d'extraction de la pectine à partir des écorces d'orange provenant de la région de Boufarik, un sous-produit abondant de l'industrie agroalimentaire.

Les pectines, en tant que biopolymères naturels, ont des applications capitales dans l'industrie alimentaire en tant qu'agent influant sur la texture et de stabilité. Cette recherche vise non seulement à optimiser le processus d'extraction mais aussi à promouvoir une utilisation plus durable de ces ressources naturelles. Nos investigations portées sur l'étude de l'influence de quelques paramètres : le pH, la température, le temps et la vitesse d'agitation, sur le rendement d'extraction de la pectine. Les résultats obtenus montrent que ces facteurs jouent un rôle important sur le rendement.

Les principales conclusions de cette étude sont les suivantes :

- L'optimisation a permis de définir les conditions optimales d'extraction de la pectine. Une température de 80 °C, un temps d'extraction de 120 min combinés à une vitesse agitation de 600 tr/min et un pH de 1,5. Le rendement d'extraction de 57% est obtenu dans ces conditions sont comparables à celles trouvées dans d'autres travaux de recherche.<
- L'analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR) a confirmé la pureté et l'identité de la pectine, ce qui valide la méthode d'extraction utilisée.

Les résultats indiquent que les écorces d'oranges représentent une source sure et efficace de pectine, offrant un potentiel de valorisation significatif pour ces sous-produits souvent sous-utilisés. En optimisant les paramètres d'extraction, il est possible de maximiser la production de pectine tout en minimisant l'impact environnemental, contribuant ainsi à des pratiques de fabrication optimales.

Les perspectives :

Au terme de ce travail, afin de valoriser l'écorce d'orange et même d'autres déchets d'agrumes comme source de pectines, nous avons besoin de compléter cette étude par :

- + Des caractérisations avec d'autres méthodes d'analyse plus précises comme la chromatographie.
- + L'exploration d'autre espèce d'orange et sur d'autres types d'agrumes et de fruits.

Nous pouvons aussi faire quelques recommandations :

- + Encourager la recherche et le développement dans le domaine de l'extraction de pectine pour promouvoir son utilisation dans les industries locales.
- + Sensibiliser les entreprises sur les avantages écologiques et économiques de l'utilisation de pectines naturelles issues d'écorces d'orange, afin de favoriser leur adoption dans la production alimentaire.
- + Promouvoir la création des partenariats entre les secteurs publics et privés pour soutenir les initiatives de valorisation des déchets d'agrumes et encourager leur utilisation durable dans divers secteurs industriels.

Ceci mènerait notre pays à valoriser les déchets industriels en tant qu'une source économique importante et surtout à éviter la pollution et les répercussions à la fois sur l'environnement et sur la santé humaine.

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

- [1]: Iñiguez-Moreno M , Pizaña-Aranda.J J P , Ramírez-Gamboa D , Ramírez-Herrera C A , G-Araña R G , Flores-Contreras E A , Iqbal H M N , Parra-Saldívar R & Melchor-Martínez E M, (2024), Enhancing pectin extraction from orange peel through citric acid-assisted optimization based on a dual response. *International journal of biological macromolecules*, 263.
- [2]: Wedamulla N E, Fan M, Choi Y-J & Kim E-K, (2022), Citrus peel as a renewable bioresource: Transforming waste to food additives. *Journal of functional food*, 95.
- [3]: Chandel V, Biswas D, Roy S, Vaidya D, Verma A & Gupta A, (2022), Review: Current advancements in pectin: extraction, properties and multifunctional applications. *Food*, 11, 26-83.
- [4]: Benn A R, Contador C A, Li M-W, Lam H-M, Hen K A, Ulloa P.E & Ravanal M C, (2023), pectin: An overview of sources, extraction and applications in food products, biomedical, pharmaceutical and environmental issues. *Food chemistry advances*, 2,100-192.
- [5]: Cherfa C A, (2023), Etude de l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron, mémoire de fin de cycle, université de Béjaia.
- [6]: Dongre P, Choudhary S, Sharma N, Doifode C, et Sheikh A, (2024), Biological evaluation of leftover hydrodistilled peels of *Citrus sinensis* for in-vitro antioxidant and antidiabetic, *Pharmacological Research- Modern Chinese Medicine*, 11, 100418.
- [7]: Pao S, et Fellers P. J, Haven, (2003), *Citrus Fruits : Oranges*. Elsevier Science Ltd.
- [8]: Etebu E, et Nwauzoma A. B, (2014), A review on sweet orange (*Citrus sinensis* L Osbeck): health, diseases and management. *American Journal of Research Communication*, 2(2): 33-70.
- [9]: Ramful D, Baborun, T, Bourdon E, Tarnus E, & Aruoma OI, (2010), Composés phénoliques bioactifs et propension antioxydante des extraits de flavedo d'agrumes mauriciens : ingrédients prophylactiques potentiels pour une application dans les aliments fonctionnels. *Toxicologie* , 278 (1), 75-87.
- [10]: Yang D, Chan Y, Wang R, He Y, Ma X, Shen J, He Z, et Lai H, (2020), Effect of exogenous abscisic acid on the drought tolerance of citrus grandis seedlings: Insights into physiological and molecular mechanisms. *Frontier in Plant Sciences*, 11, 580521.

BIBLIOGRAPHIE

[11]: Haineault, S, (1999), Les vertus thérapeutiques des agrumes : citron, lime, pamplemousse, orange. Québecor. 27640032DX, 9782764003206, 152 p.

[12]: Richaa R, Kohli D, Vishwakrm D, Mishra A, Kabdal B, Kothakota A, Shruti R, Ranjna S, Kumar R, et Naik B, (2023), Agrumes : classification, valeur ajoutée, valeurs nutritionnelles et médicinales, et relation avec la pandémie et la faim cachée. Journal de recherche agricole et alimentaire, 14, 100718.

[13]: Safia R, Rajkumari K, Sofi, Bashir N, Nazir F et Nayik A, (2018), Le zeste d'agrumes comme source d'ingrédient fonctionnel : une revue. Journal de la Société saoudienne des sciences agricoles, 17 (4), 351-358.

[14]: MOUSSA H, (2020), Mise au point de solutions innovantes pour lutter contre les champignons des agrumes en post-récolte, thèse de doctorat, Université sidi Mohamed Ben Abderrahmane de Fes.

[15]: TN (Tunisie Numérique), (2024), Classement mondial des producteurs d'oranges : un pays arabe dans la liste.

<https://www.tunisienumerique.com/classement-mondial-des-producteurs-doranges-un-pays-arabe-dans-la-liste/>

[16]: ONS (Office National des Statistiques)

<https://www.ons.dz>

[17]: Algérie Eco, (2024, 30 janvier), Agrumes : la production augmente à plus de 18 millions quintaux.

<https://www.algerie-eco.com/2024/01/30/agrumes-la-production-augmente-a-plus-de-18-millions-quintaux/>

[18]: Agence National Algérienne d'Information, (2020), Production agricole en hausse en 2020 grâce à l'agriculture et la culture de la pomme de terre.

<https://www.aps.dz>

[19]: Kanmani P, Dhivya E, Aravind J and Kumaresan K, (2014), Extraction and Analysis of Pectin from Citrus Peels: Augmenting The Yield from Citrus Limon Using Statistical Experimental Design. Iranica Journal Of Energy And Environment, 5 (3): 303-312.

BIBLIOGRAPHIE

- [20]: Lara-Espinoza C, Carvajal-Millàn E, Balandrán-Quintan R, Lopez-Franco Y & Rascon-Chu A, (2018), pectin and pectin-based composite : Beyond food texture : Review, *Molecules*, 23
- [21]: Chan S-Y, Choo W-S, Young D-J & Loh X-J, (2016), Pectin As A Rheology Modifier: Origin, Structure, Commercial Production And Rheology. *Carbohydrate Polymers*
- [22]: Cui J, Zhao C, Feng L, Han Y, Du H, Xiao H & Zheng J, (2021), Pectins From Fruits: Relationships Between Extraction Methods, Structural Characteristics, And Functional Properties. *Trends In Food Science & Technology*, 110, 39-54
- [23]: Kumar M, Toman M, Saurabh V, Mahajan T, Punia S, Contreras M.d.M, G.Rudra, Kaur C & F.Kennedy J, (2020), Emerging Trends In Pectin Extraction And Its Anti-Microbial Functionalization Using Natural Bioactives For Application In Food Packaging. *Trands In Food Science & Technology*. 105, 223-237
- [24]: Adimas M.A & Abera B.D, (2023), Valorization Of Fruit And Vegetable By-Products Fors Extraction Of Pectin And Its Hydrocolloidal Role In Low-Fat Yoghurt Processing. *LWT-Food Science And Technology*, 189.
- [25]: Li D-q; Li J; Dong H-l; Li X; Zhang J-q; Ramaswamy S & Xu F, (2021), Pectin In Biomedical And Drug Delivery Applications: A Review. *International Journal Of Biological Macromolecules*, 185, 49-65.
- [26]: Liu J, Bi J, McClements D.J, Liu X, Yi J, Lyo J Zhou M, Verkerk R, Dekker M, Wu X & Liu D, (2020), Impacts Of Thermal And Non-Thermal Processing On Structure And Functionality Of Pectin In Fruit- And Vegetable- Based Products: A Review. *Carbohydrate Polymers*, 250.
- [27]: Picot-Allain M.C & Neergheen V.S, (2023), Pectin A Multifacted Biopolymer In The Management Of Cancer: A Review. *Heliyon*, 9.
- [28]: Butler I.P, Banta R.A; Tyuftin A.A, Holmes J & Pathania S, (2023), Pectinas A Biopolymer Source For Packaging Films Using A Circular Economy Approach; Origins, Extraction, Structure And Films Properties. *Food Packaging And Shelf Life*, 40.

BIBLIOGRAPHIE

- [29]: Sabater C, Villamiel M, & Montilla A, (2022), Integral use of pectin-rich by-products in a biorefinery context: a holistic approach. *Food Hydrocolloids*, 128.
- [30]: Tan H & Nie S, (2020), Review: Deciphering Diet-Gut Microbiota-Host Interplay: Investigations Of Pectin. *Trends In Food Science & Technology*, 106, 171-181.
- [31]: Belkheiri A, Forouhar A, Ursu A.V, Dubessay P, Pierre G, Delattre C, Djelveh G, Abdelkafi S, Hamdami N & Michaud P, (2021), Extraction, Characterization, And Applications Of Pectins From Plant By-Products: Review. *Applied Science*.
- [32]: Frietas C.M.P, Coimbra J.S.R, Souza V.G.L & Sousa R.C.S, (2021), Structure And Application Of Pectin In Food, Biomedical And Pharmaceutical Industry: A Review. *Coatings*.
- [33]: Mahé J, (2018), La Pectine: Application D'un Polymère Biodégradables Dans Le domaine De La Santé, thèse de doctorat, Université d'Angers.
- [34]: Singhal S & Hulle N.R.S, (2022), Citrus Pectin: Structural Properties, Extraction Methods, Modifications And Application In Food Systems- A Review. *Applied Food Research*, 2.
- [35]: Reichembach L.H & Petkowicz C.L.O, (2021), Pectins From Alternative Sources And Uses Beyond Sweets And Jellies: An Overview. *Food Hydrocolloids*, 118.
- [36]: Boudraa I, (2017), Etude Comparative Entre Deux Méthodes D'extraction De La Pectine de L'écorce De Deux Variétés D'orange (Thomson et Sanguine), Mémoire de fin de cycle Université de Djidjel.
- [37]: Canteri M.H.G, (2010), Comparative characterization of pectins extracted from pericarp of yellow passion fruit (*passiflora edulis* F.flavicarpa), these de Doctorat, Université fédérale du paraná
- [38]: Kumar S, Konwar J, Purkayastha M.D, Kalita S, Mukherjee A & Dutta J, (2023) Current progress in valorization of food processing waste and by-products for pectin extraction. *International of biological macromolecules*, 239.
- [39]: Salihu R; Abd Razak S.I; Zawawi N.A; Abdul Kadir M.R; Ismail N.I; Jusoh N; Mohamed M.R & Mat Nayan N.H, (2021), Citric acid : A green cross-linker of biomaterials for biomedical applications. *European polymer journal*, 146.

BIBLIOGRAPHIE

- [40]: Angumeenal A.R & Venkappayya D, (2013), an overview of citric acid production. *Food science and technology*. 50, 367-370.
- [41]: Mores S, Vandenberghe. L.P.S, Júnior.A.I.M, Cavalho.J.C, Mello.A.F.M, Pandey.A & Soccol.R, (2021), citric acid bioproduction and downstream processing: status, opportunities, and challenges. *Bioresource technologie*, 320.
- [42]: Dhushane S & Mahendram T, (2020), Extraction of pectin from lemon (citrus limon .L) fruit peels and its utilization in the production of watermelon(citrullus lanatus) jam, *Jouranl of the university of Ruhuna*, 8, 49_59.
- [43]: Panwar, D, Panesar, P. S, & Chopra, H. K, (2022), Green extraction of pectin from Citrus limetta peels using organic acid and its characterization. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-13.

Résume :

Cette étude vise la valorisation de l'écorce d'orange qui est une source très riche en composés bioactive tels que : les polyphénols, les flavonoïdes, les caroténoïdes et particulièrement la pectine qui est un polysaccharide bien connu pour ces applications dans le domaine agroalimentaire en tant qu'agent émulsifiant, stabilisant et gélifiant, dans divers produits alimentaires tels que : les confitures, les mousses, les gelées et les produits laitiers.

L'objectif de ce travail est l'étude de l'effet des paramètres de procédés ; le temps, la vitesse, la température et le pH sur le rendement d'extraction de la pectine à partir d'écorce d'orange. Les résultats montrent que ces facteurs ont une influence significative sur le rendement d'extraction.

Cette recherche montre que les écorces d'orange, souvent considérées comme des déchets, peuvent constituer une source précieuse de pectine, offrant ainsi une alternative durable pour l'industrie alimentaire. Le futur de l'extraction de la pectine se profile prometteur, avec des possibilités d'optimisation des paramètres de processus d'extraction pour une utilisation plus large et plus efficace de cette biomolécule.

Abstract :

This study aims to valorize orange peel, which is a very rich source of bioactive compounds such as polyphenols, flavonoids, carotenoids, and particularly pectin, a polysaccharide well known for its applications in the agri-food sector as an emulsifying, stabilizing, and gelling agent in various food products such as jams, mousses, jellies, and dairy products

The objective of this work is to study the effect of process parameters time, speed, temperature, and pH on the extraction yield of pectin from orange peel. The results show that these factors significantly influence the extraction yield.

This research demonstrates that orange peels, often considered waste, can be a valuable source of pectin, providing a sustainable alternative for the food industry. The future of pectin extraction looks promising, with opportunities to optimize extraction process parameters for broader and more efficient use of this biomolecule.

Mots-Clés : Ecorce d'orange, valorisation, extraction, pectine, polysaccharide

