

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère De L'enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique
Université Saad Dahlab - Blida 1



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie « **SNV** »

Département de sciences alimentaires

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master dans le domaine SNV
Filière : Sciences Agro-alimentaires

Option : Nutrition et Diététique Humaine

Thème

**L'extraction des pectines à partir des écorces
d'oranges**

Présenté par :

date de soutenance : juin 2022

TLIDJANE Meriem

SAIFI Moufida

Devant le jury:

Dr.DEFAIRI. D	MCB	Présidente	Université de Blida1
Dr. ZEGANE.O	MAA	Examinatrice	Université de Blida1
Dr.METIDJI.H	MCB	Promotrice	Université de Blida1

Promotion : 2021-2022

Remerciement :

Dieu merci pour avoir donné la volonté, la santé et le courage sans lesquels. Ce travail n'aurait pas été réalisé.

Un grand remerciement aux très chers parents pour leur soutien et leur encouragement tout au long de nos études mille merci.

*Nous remercions de façon particulière Madame **Metidji** qui nous a encouragées et nous a conseillé tout au long de la préparation de ce mémoire*

*Nous remercions les membres de jury qui ont accepté de juger notre travail Madame **Defairi** (présidente du jury) et Madame **Zegane** (examinatrice)*

Sans oublier tous les professeurs qui nous ont donné le savoir durant toutes ces années

Nous exprimons nos remerciements à toutes personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation du travail

Dédicace :

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

À la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma vie ma mère

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis de mon enfance, j'espère que tu es fier de moi et votre bénédiction m'accompagne toujours.

Tout simplement, Merci d'être ma mère, Que dieu vous protège.

À la couronne de ma tête "mon père " pour tous ce qu'il m'a fait, le meilleur des pères, tu es ma vie papa je t'aime

À mes chers frères qui sont présents dans tous les moments difficiles, je les remercie pour leur soutien moral. Leur grande aide et leur générosité ont été pour moi une source de courage,

À une personne chère à mon cœur et qui a changé ma vie mon coach Chanez

À mes meilleures amies Hiba, Ikram, Katia, Noura, Souad, Fella, Lamia, Khadidja, Djihane

À mon binôme Moufida de m'avoir partagé ce travail, nous avons partagé d'agréables moments inoubliables tout au long de notre cursus universitaire.

À tout ma famille Maternelle, paternelle et mes proches.

À tous ceux qui ont de près ou de loin, participé à la réalisation de ce travail

TLIDJANE MERJEM

Dédicace

Je dédie ce modeste travail accompagné d'un profond amour

A mon cher papa qui m'a appris le sens de la persévérance tout au long de mes études, pour ses sacrifices conseils et ses encouragements, je t'aime trop et vous resteraient toujours à ma pensée et gravée dans mon cœur.

A ma chère maman, je lui dédie avec fierté ce mémoire qui reflète le fruit de l'éducation et de l'attention qu'elle m'a tant réservé, je suis très reconnaissante et j'aurais tant aimé la joie de ma réussite avec elle.

A mes Adorables sœurs : Hanane, Amel, Khadidja et Marya

A mes chers frères : Sidali, Mehfoud, Mouhmed, Youcef et Imad

A mes meilleures amies : Djouher, Khadidja, Lamia, Kawthar, Chahinez, Marwa, Farah, Haïfa

A mon meilleur ami : Riad merci d'être toujours à mes côtés

A Mimia, chère amie avant d'être binôme, merci pour ton soutien moral, et t'as patience et t'as compréhension tout au long de ce projet

A toute ma famille et à ceux qui me connaissent de près ou de loin.

SAIFI MOUFIDA

RESUME

Ce présent travail a été consacré pour l'extraction de la pectine à partir d'écorce d'Orange. L'extraction de la pectine a été effectuée par deux techniques agent complexe et le traitement acide mais l'expérience de l'agent complexe a été échoué (La précipitation de la pectine vers la fin de l'expérience a échoué).

La poudre de l'écorce d'organe utilisée a présenté un taux d'humidité de 71.93%. Une étude comparative des deux pectine (pectine extraite d'orange et le pectine commerciale pomme) et nous avons calculer le rendement et certaines propriété physico-chimique telle que poids équivalent, degré d'estérification, teneur en methoxyle

Les résultats montrent un report de rendement d'extraction élevé de 13% et elle est classée comme une pectine à faible degré de méthylation par ce que son $DE < 50\%$. En plus la teneur en methoxy de pectine d'orange et la pectine commercial est 0.15%-0.25% avec un poids équivalent de 537.63-333.33 respectivement. La concentration de sucres solubles est de 0.27 mg/ml.

Mot clés : orange, variété Thomson, pectine, paramètres physico-chimiques, précipitation , traitement acide, agent complexe

Abstract

This work was devoted to the extraction of pectin from orange bark, and the extraction of pectin was carried out by two technique complex agent and acid treatment but the experiment of the complex agent was unsuccessful (The pectin precipitation towards the end of the experiment failed).

After a comparative study of the two pectins (orange pectin extracted and commercial apple pectin) we calculated the yield and certain physico-chemical properties such as: equivalent weight, degree of esterification, methoxyl content

The results show a deferral of extraction yield the highest was 12.5a 13% and have little classified this pectin as a pectin with low degree of methylation by its DE<50%, in addition to the methoxy content of orange pectin and commercial pectin is 0.15%-0.25% and the equivalent weight 537.63-333.33

Keywords: orange, Thomson variety, pectin, physico-chemical parameters precipitation, acid treatment, complex agent

ملخص

تم تخصيص هذا العمل الحالي لاستخراج البكتين من قشر البرتقال طومسون ، وتم استخلاص البكتين بتقنيتين بواسطة عامل معقد ومعالجة حمضية ولكن تجربة العامل المركب باءت بالفشل (فشل ترسيب البكتين في نهاية التجربة)

بعد ذلك ، قمنا بدراسة مقارنة بين البكتينين (البكتين المستخلص من البرتقال وبكتين التفاح التجاري) وقمنا بحساب المحصول وبعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية مثل: الوزن المكافئ ، ودرجة الأسترة ، ومحتوى الميثوكسيل.

أظهرت النتائج أن أعلى نسبة إنتاج البكتين تراوحت بين 12.5 و 13% وصنف هذا البكتين على أنه بكتين بدرجة منخفضة من المثيلة (درجة الأسترة أقل من 50%)، بالإضافة إلى نسبة الميثوكسي في كل من البكتين البرتقالي والبكتين التجاري. 0.15% - 0.25% والوزن المكافئ 333.33-537.63

الكلمات المفتاحية: برتقال، صنف طومسون، بكتين، عوامل فيزيائية-كيميائية، الترسيب ، المعالجة الحمضية ، عامل معقد

Table de matière :

Introduction.....	13
Synthèse bibliographique :.....	3
Chapitre I : <i>Pectine</i>	3
I. Définition des pectines.....	4
II. Structure de pectine.....	4
III. Principale source de la pectine	6
III.1. En générale	6
III.2. Les agrumes en particulier	7
IV. Propriétés physico –chimiques	7
IV.1. Solubilité et précipitation	8
IV.2. Stabilité et dégradation	8
IV.3. Viscosité	9
IV.4. Emulsification	10
IV.5. Gélification	10
V. Biosynthèse des pectines.....	12
VI. Application de pectine	12
VI.1. Pectines dans la nutrition et l'industrie alimentaire	12
VI.2. Pectines dans la médecine et l'industrie pharmaceutique	13
Chapitre II : procédés d'extraction.....	14
I. Extraction assistée par micro-onde.....	15
II. Extraction par voie chimique	15
III. Extraction physique.....	16
IV. Extraction enzymatique	16
V. Extraction par hydrolyse acide.....	17
VI. Extraction par les agents complexants	17
VII. Extraction par Pression	18
Chapitre III : Généralités sur l'orange.....	19
I. Historique.....	20
II. Description de l'orange	20
II.1. Structure du fruit	21
II.2. Composition et valeur nutritive	22
III. Classification et principales variétés	22
VI. Principales variété de l'orange.....	23
IV. Production et répartition géographique de l'Orange en Algérie	24
Partiell :Partie expérimentale	25

Chapitre I : Matériels et Méthodes	26
I. Matériel	27
<i>I.1. Matériel végétal.....</i>	<i>27</i>
<i>I.2. Matériel non biologique.....</i>	<i>27</i>
II. Méthodes	27
<i>II.1 Préparation de la poudre d'orange :</i>	<i>27</i>
<i>II.2. Taux D'humidité :</i>	<i>29</i>
<i>II.3. Extraction de pectine.....</i>	<i>30</i>
<i>II.4. Rendement</i>	<i>32</i>
<i>II.5. Analyses physico-chimiques</i>	<i>32</i>
<i>II.6. Dosage des sucres solubles :</i>	<i>37</i>
Chapitre II : Résultats et discussion	39
I. Taux de l'humidité d'écorce d'orange	40
II. Extraction de pectine	41
<i>II.1. Rendement</i>	<i>41</i>
<i>II.2. Analyses physico-chimiques</i>	<i>42</i>
<i>II.3. Dosage des sucres solubles</i>	<i>48</i>
Conclusion	50
Références Bibliographique	52
Annexes	59

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.Appréciation des teneurs en pectines des principaux fruits utilisés pour les confitures Source.	7
Tableau 2.Composition chimique des oranges douces	22
Tableau 3.Systématique de l'orange douce.	23

LISTE DES FIGURES

Figure 1.Molécule de la pectine	4
Figure 2.Structure de trois principales unités de pectine	6
Figure 3.stabilité de la pectine	9
Figure 4.Réaction de β -élimination	9
Figure 5.Mécanisme de gélification des pectines HM.	11
Figure 6. Mécanisme de gélification des pectines FM.	12
Figure 7.Orange douce (Thomson Navel) originale, 2019.....	21
Figure 8.Coupe transversale d'une orange variété Thomson Navel.	22
Figure 9.Taux de production des orangers en Algérie (DSA d'Alger, 2009/2014).....	24
Figure 10.Ecorces d'orange découpés Figure 11.Séchage des écorces dans l'étuve.....	28
Figure 12.Ecorce d'orange après séchage Figure 13.Broyage de l'écorce séché.....	28
Figure 14.La préparation de la poudre de l'orange	29
Figure 15.Détermination de la teneur en humidité de l'écorce d'orange	30
Figure 16.Etapes d'extraction de la pectine par la méthode de traitement acide.....	31
Figure 17. Four a Moufle à 600C° Figure 18.Les cendres obtenues	34
Figure 19.changement de couleur de solution vers le rose	35
Figure 20.Degré d'estérification par titrage	36
Figure 21.Pourcentage de l'humidité par rapport à la matière sèche de l'écorce d'orange....	40
Figure 22.Rendement de la pectine extraite à partir d'écorce d'Orange en deux répétitions	41
Figure 23.Taux d'humidité de pectine orange et pectine commerciale après séchage	42
Figure 24.Taux de cendres de la pectine d'orange et la pectine commerciale.....	43
Figure 25.Poids équivalent de la pectine d'Orange et la pectine commerciale	44
Figure 26.Teneur en Méthoxyle de pectine d'Orange et la pectine commerciale	45
Figure 27.Teneur en acide galacturonique de pectine d'orange et la pectine commerciale ..	46
Figure 28.Degré d'estérification de la pectine d'orange et la pectine commerciale	47
Figure 29.courbe d'étalonnage du glucose	48
Figure 30.concentration de sucres solubles dans la pectine d'orange et la pectine commerciale	49

Liste des abréviations

abreviation	Signification
DM	degré de methoxylation
RG	rhamna galacturonanes
C	carbone
HM	hautement methylee
FM	pectine faiblement methylee
DE	degré d'estérification
KDa	kilo dalton
EDTA	(acide disodique-ethylene-diamine-tetraacetique)
H	Humidité
MS	matière sèche
R.P	rendement de pectine
TC	teneur en cendre
MeO	teneur en methoxyle
AG	teneur acide galactoronique

Introduction

INTRODUCTION

La transformation industrielle des fruits donne lieu à une production importante des déchets ayant une incidence sur l'environnement. En région méditerranéenne, le secteur de l'industrie de transformation de ces fruits cesse de se développer permet la récupération d'une quantité importante de sous-produit potentiellement utilisables soit comme matières premières en d'autres secteurs de l'industrie agroalimentaire soit en alimentation ou en pharmacie (**Valizadeh et Sobhanirad, 2009**).

Un sous-produit issu du processus de fabrication sans être l'objet principal de l'activité, peut d'abord être valorisé comme un co-produit avant d'être considéré comme déchet, certains déchets deviennent alors de véritables matières premières (**Rihani, 1991**). Parmi les différentes espèces agricoles transformées industriellement, les agrumes et les pommes occupent une place importante

A l'échelle mondiale, la transformation des fruits surtout en jus, confitures, gelées, ou autre aliment est souvent associée à la valorisation des sous-produits issus de cette transformation (**Proot, 2002 ; FAO, 2011**). La pectine est un co-produit de la transformation d'écorce de pommes, d'écorces de citrus, qui trouve son usage comme additif alimentaire pour ses propriétés émulsifiantes, stabilisantes et surtout gélifiantes.

Les pectines sont des polysaccharides dits polyacides ou polymères anioniques. Ce sont des bio polymères dont le motif de base et l'acide galacturonique et les groupes chargés les plus communs sont les groupes carboxyliques. Ces substances ont fait l'objet de nombreuses recherches et occupent une place de choix dans de nombreuses applications, à la fois pour son image de produit naturel, pour ses propriétés nutritionnelles et surtout pour ses propriétés fonctionnelles (**Mesbahi et al. 2005 ; Combo et al. 2011**)

Dans le cadre de recyclage des déchets des agrumes s'inscrit notre travail. Les objectifs de notre travail sont tout d'abord de valoriser les déchets des oranges par l'extraction de la pectine par de techniques d'extraction. Nous envisageons ensuite

d'étudier ces caractéristiques physico-chimiques de pectine extraite. Et enfin, nous procédant à une comparaison entre notre pectine et une pectine commerciale.

Ainsi, ce travail a été structuré de la manière suivante :

- Dans la première partie, une présentation générale de la pectine, méthodes d'extraction et l'espèce étudiée orange.
- La deuxième partie, les matériels et méthodes, inclut la méthodologie employée et les analyses effectuées
- La troisième partie englobe les résultats dégagés ainsi que leurs interprétations avec une discussion.

***Synthèse
bibliographique :
Chapitre I : Pectine***

Définition des pectines

Les pectines, du mot grec pektos, qui signifie « prise en gelée ». Pour la première fois ont été isolées par (**Henri Braconnot, en 1825**), à partir d'extraits végétaux. Au début du XXème siècle, la pectine a fait l'objet, pour la première fois d'une extraction.

Les pectines sont des polysides complexe appelés encore Polyacides ou polymères anioniques (**Walstra, 2003**) entrant dans la composition des parois cellulaires de la plupart des végétaux supérieurs. Elles sont majoritairement présentes dans lamelle moyenne et la paroi primaire où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion (**Donato, 2004**).

Les substances pectiques sont nombreuses, on y trouve les protopectines qui sont des pectines hydrolysées, puis les pectines qui sont des acides polygalacturoniques partiellement ou entièrement estérifiés. Ensuite les pectinates qui sont des sels de pectines, les acides pectiques qui sont essentiellement des acides polygalacturoniques non estérifiés. Enfin les pectates qui sont les sels d'acide pectique (**Liu et al. 2003**).

D'un point de vue nutritionnel, les pectines sont considérées comme des fibres solubles ayant une forte capacité de rétention d'eau, celle-ci étant un bon solvant pour les pectines.

I. Structure de pectine

Les polysaccharides pectiques sont formés de chaînes principales constituées de galacturonane et de rhamnogalacturonane, et de chaînes latérales constituées d'arabinane et de galactane(**Schols et Voragen , 2002**).(figure1)

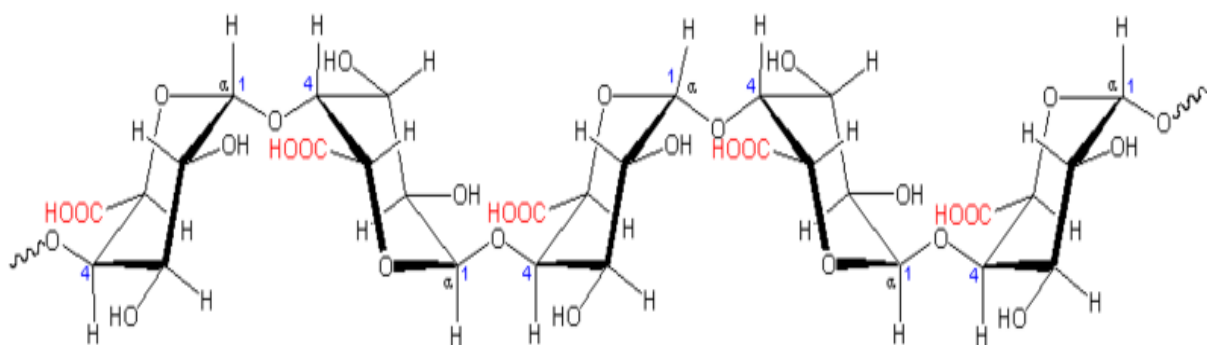


Figure 1.Molécule de la pectine (**Schols et Voragen, 2002**).

La structure fine de la pectine varier en fonction de l'espèce végétale considérer le stade de développement, la localisation pariétale ou tissulaire et la méthode d'extraction. **(Thakur ,1997 ; Ridly et al. ,2001).**

Toute une série de substitutions, qui en font rarement une structure homogalacturonique simple, se trouve sur le long de la chaîne principale. En effet, les fonctions acides carboxyliques sont plus ou moins estérifiées par le méthanol **(Fishmanetal.1986)**. D'où la détermination du degré de Méthoxylation (DM) des pectines qui est défini comme étant le nombre de fonctions carboxyliques méthylées pour cent motifs d'acide galacturonique de la chaîne principale.

D'après **(Schols et Voragen, 2002)**, les pectines sont constituées essentiellement de trois unités structurales distinctes, d'abord les homogalacturonanes composés principalement de chaînes d'acides D - galacturonique liés en α (1→4) ils représentent 65% des pectines. Puis les rhamnogalacturonanes (RG) qui représentent la liaison entre l'acide galacturonique et le rhamnose. Ce dernier est suivi de chaînes d'arabinane qui représentent 20% et 35% et d'arabinogalactane. Et enfin par les xylogalacturonanes qui sont des résidus de xylosesliés à l'acide galacturonique représentent 10% des pectines **(Mohnen, 2008)**.(figure 2)

Les trois entités, homogalacturonane, rhamnogalacturonane et chaînes latérales d'oses neutres (galactanes, arabanes, xylènes, etc.) forment les domaines constitutifs des pectines **(Yapo et al.2006)**. L'hydro solubilité des substances pectiques diminue quand le DM diminue **(Lopes da Silvaetal., 2006)**. Les pectines hautement méthylées sont donc très solubles dans l'eau.

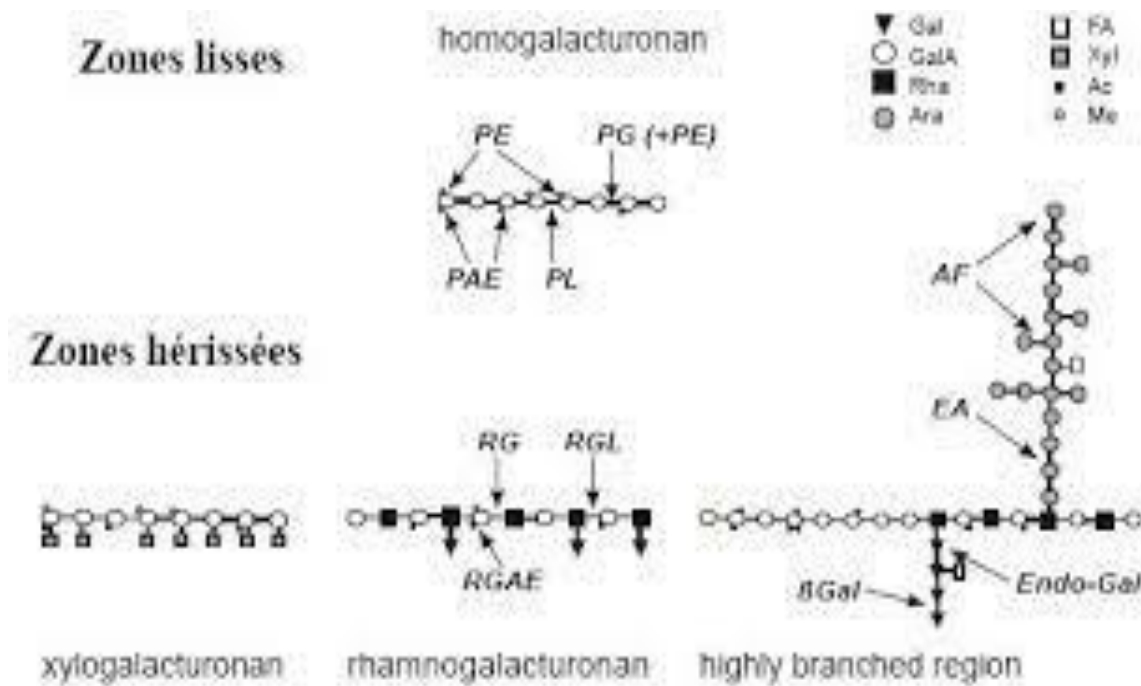


Figure 2. Structure de trois principales unités de pectine (Schols et Voragen, 2002)

II. Principales sources de la pectine

III.1. En générale

Les écorces d'agrumes, sont avec le marc de pomme une matière première importante pour l'extraction de la pectine utilisée comme gélifiant alimentaire.

La pectine est contenue naturellement dans l'endocarpe des fruits sous forme de protopectines qui sont libérées sous forme de pectines lors de la cuisson. La teneur en pectines des fruits est variable en fonction de la nature de fruits et de leur maturité (Michel, 2002) (Tableau1.).

Tableau 1.Appréciation des teneurs en pectines des principaux fruits utilisés pour les confitures Source. **Michel (2002)**

Fruits pauvres	Cerises, pêches, myrtilles, raisins
Fruits moyennement riches	Fraises, framboises, mûres
Fruits riches	Coings, groseilles, prunes, cassis, abricots
Fruits très riches	Citrons, pommes, oranges

III.2. Les agrumes en particulier

L'Algérie est un pays agrumicole, ce qui lui confère une grande possibilité d'exploitation des résidus d'agrumes pour la production de pectines.

Lors de la production abondante de fruits, il est essentiel de conserver convenablement les résidus qui sont considérables afin de récupérer les pectines. Dans ce sens, **(Berk, 1969)** affirme que sur une tonne de fruits traités, il reste de 500 à 600 Kg de déchets d'écorces.

La production de pectine à partir de marcs des agrumes séchés présente plusieurs avantages, dont les plus évidents, sont la disponibilité de la matière première durant toute l'année, ainsi que l'obtention d'un rendement plus élevé en pectine **(Crandal et al.1978 ; Benchabane, 1984 ; Belaid et Raaf, 1993)**.

III. Propriétés physico –chimiques

Les substances pectiques ont plusieurs propriétés physico-chimiques, celles qui sont importantes pour leurs analyses et justifient leurs emplois dans les industries

IV.1. Solubilité et précipitation

La solubilité des substances pectiques dépend de leur masse moléculaire, de la présence de chaîne latérale et la teneur en degrés de méthylation ainsi que la distribution des groupes méthyles.

D'une façon générale, polyholoside constitué de monomère identiques non substitués, rattachés entre eux par des liaisons 1 → 4 (le cas de liaison 1 → 6 étant à part) est insoluble dans l'eau, car les macromolécules du fait de cette régularité structurale, peuvent facilement s'associer entre elles par de nombreuses liaisons hydrogènes. L'amylose ou la cellulose constituent des exemples illustrant parfaitement ce phénomène. Ainsi, un acide polygalacturonique, est insoluble dans l'eau et ne deviendra soluble qu'après neutralisation des fonctions carboxylique.

En général, les pectines sont solubles en milieux aqueux (eau, solutions tampons à faible force ionique) comme le forme amide, le diméthyl-formamide, et le glycérol (**Voragen et al. 1996**).

IV.2. Stabilité et dégradation

Les pectines en solution dans un milieu acide sont stables, en revanche, des réactions de dés estérification et de dépolymérisation (hydrolyse ou β -élimination) peuvent se produire sous des conditions données de pH et de température. Aux températures inférieures à 10°C, la dés estérification prédomine alors qu'à des températures plus élevées, la dépolymérisation a lieu plus rapidement et peut conduire à la dégradation totale de la pectine (**Voragen et al. 1995**). En milieu alcalin et à basse température, les groupements esters sont saponifiés (figure3). Les réactions de β -élimination des substituants en O4 sont accélérées à des températures supérieures à 60°C (**Kim et al, 1978; Oosterveld et al. 1996**) selon le mécanisme où l'hydrogène en C5, rendu plus acide par le groupe ester méthylique, est attaqué par l'ion hydroxyde. Il se produit alors un arrangement avec transfert électronique aboutissant à la rupture de la liaison glycosidique et la formation entre les C4 et C5 d'une double liaison qui est conjuguée avec celle de la fonction carboxylique (**Morris et al. 2002**) (figure4)

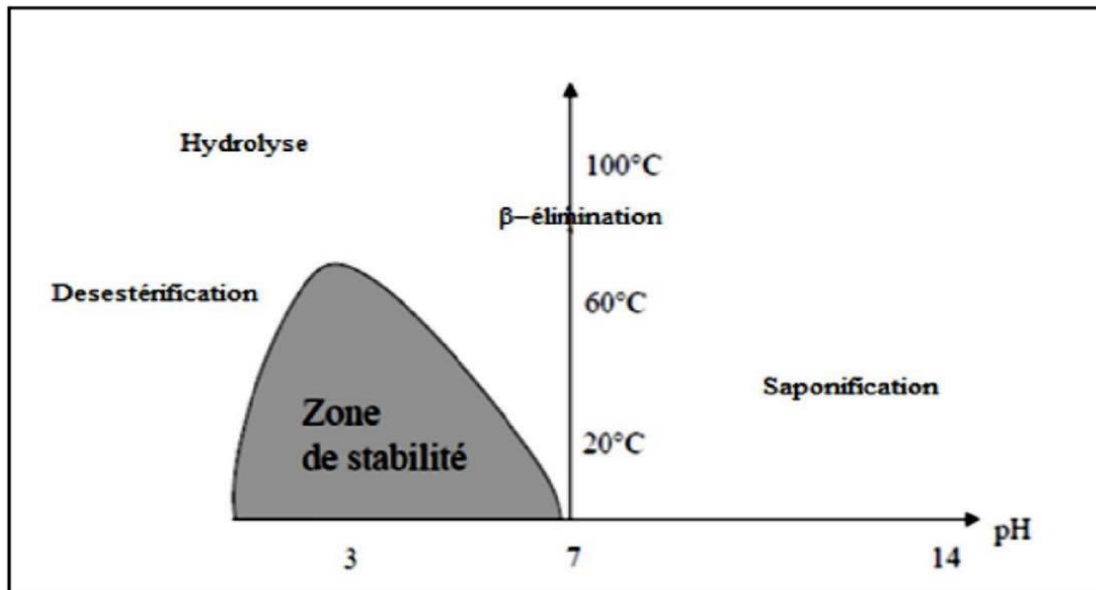


Figure 3. stabilité de la pectine (Renard, 2010).

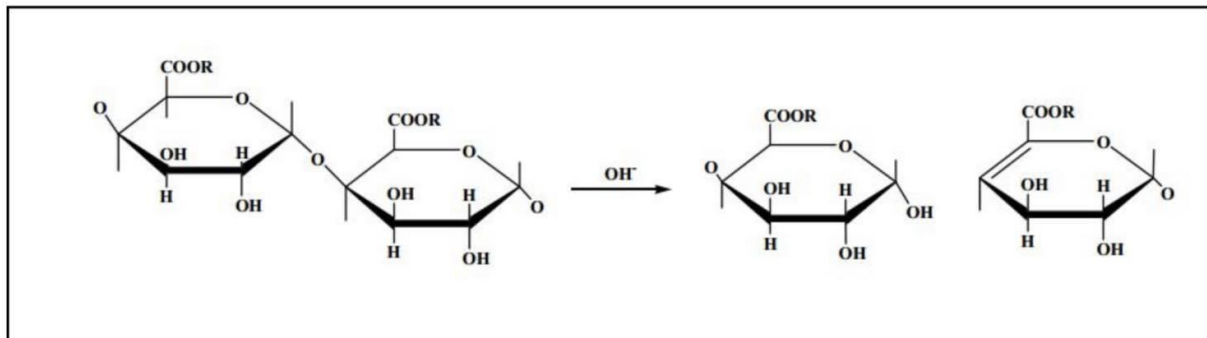


Figure 4. Réaction de β-élimination (Donato, 2004)

IV.3. Viscosité

La viscosité est la grandeur qui relie le taux de cisaillement à la contrainte. Les agents dits viscosifiants ont la propriété de modifier le comportement de la phase continue, sans former des zones de jonction contrairement aux gélifiants et certains stabilisants. La pectine (hautement méthylées) possède cette caractéristique due à son haut poids moléculaire. Ainsi, on retrouve son utilisation dans les boissons fruitées (Tilly, 2010).

IV.4. Emulsification

Le rôle d'un agent émulsifiant est de réduire la tension inter faciale d'une émulsion (eau dans l'huile, huile dans l'eau...) pour lui permettre de se diviser en fines gouttelettes et d'être stable. La plupart des polysaccharides ne sont pas considérés comme des émulsifiants. Néanmoins, les pectines peuvent être utilisées comme agents émulsifiants à condition de réduire leurs interactions avec les ions divalents (**Akhtar et al.2002**).

Le pouvoir émulsifiant des pectines est influencé par les caractéristiques structurelles de celles - ci et les conditions extrinsèques comprenant la concentration en polymère et le pH de la solution (**Ngouemazong et al. 2015**). Les études réalisées sur les pectines dépolymérisées de citrus ou de pomme ont montré qu'à des poids moléculaires inférieurs à 80 KDa, ces dernières possèdent de bonnes propriétés émulsifiantes avec un taux d'acétylation bas (**Mazoyer et al. 1999**).

IV.5. Gélification

Les substances pectiques peuvent former des gels qui sont des réseaux macromoléculaires tridimensionnels. Les substances pectiques hautement méthylées(HM) et faiblement méthylées (LM) donnent des gels dans des conditions différentes :

IV.5. 1.Gels de pectine hautement méthylées

Ces pectines (DE=60-75%) forment des gels non thermoréversibles à texture courte et cohérente, dans des milieux dont l'extrait sec est supérieur à 60% et le pH compris entre 2.5 et 4. L'addition de sucre permet une diminution de l'hydratation par fixation de l'eau, quant à la baisse du pH, elle a pour rôle un déplacement de l'équilibre de dissociation de la fonction acide et donc une diminution de la charge (diminution de la répulsion entre les groupes). La figure 5 montre les deux types d'interactions prédominantes dans le mécanisme de gélification des pectines **HM** (hautement méthylées) (**van alebeek et al. 2001**)

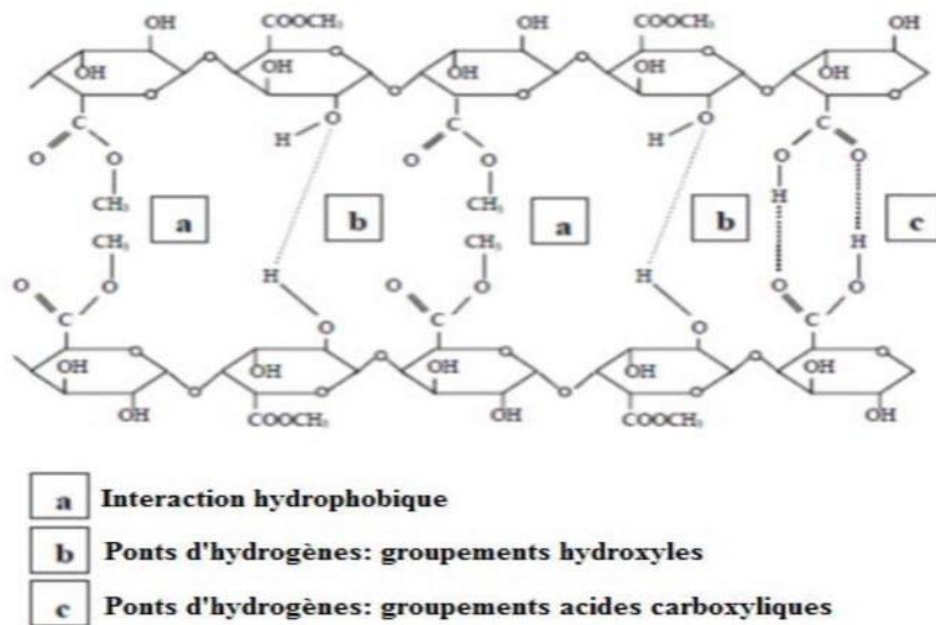


Figure 5.Mécanisme de gélification des pectines HM. (Van alebeek et al. 2001)

IV.5. 2.Gels de pectine faiblement méthylées

Les pectines faiblement méthylées, forment des gels thermoréversibles par interaction avec le calcium présent dans le milieu, le pH et la teneur en sucre sont des facteurs secondaires influençant la vitesse et la température de gélification, l'ion de calcium prendrait part à neuf liaisons de coordination avec deux oxygènes des liaisons glycosidiques, deux oxygènes des cycles, deux fonctions acides et trois fonctions alcools formant ainsi le modèle de la boîte à œuf (figure 6) (van alebeek et al. 2001)

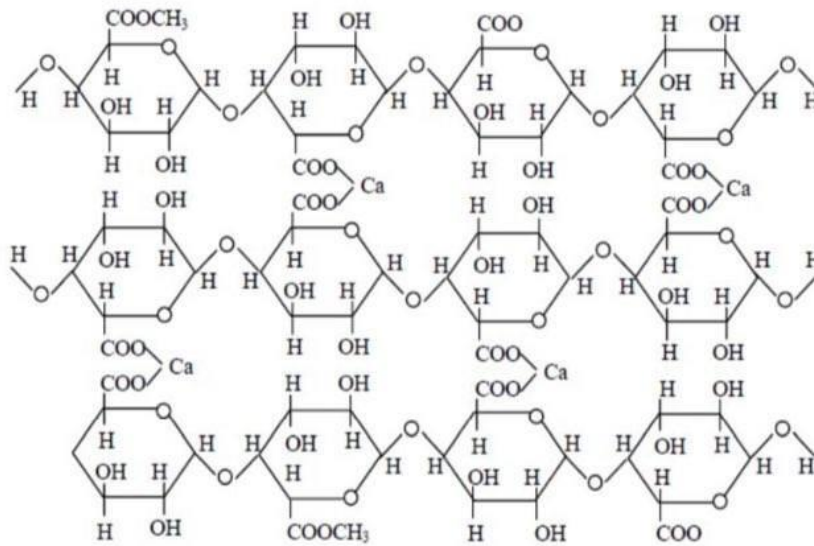


Figure 6. Mécanisme de gélification des pectines FM. (Van alebeek et al. 2001)

IV. Biosynthèse des pectines

Il est largement admis que les polysaccharides des parois cellulaires proviennent de la polymérisation de monosaccharides (Albersheim et al.1997 inYapo, 2007) et que l'appareil de Golgi est le lieu de synthèse des polysaccharides non celluloses, en l'occurrence les pectines (Bacic, 2006). Ces composants polysaccharidiques seraient d'abord synthétisés de manière séparée avant que n'intervienne, ultérieurement, leur probable assemblage en complexe pectique (Vincken et al.2003).

V. Application de pectine

VI.1. Pectines dans la nutrition et l'industrie alimentaire

La propriété gélifiante des pectines leur donne un grand intérêt dans l'industrie alimentaire. Elles sont utilisées aussi comme ingrédient dans la préparation des confitures, des marmelades et des gelées. Des études (Voragen et al.1996 cités parVisser et Voragen, 1996 et Sriamornsak, 2003) ont montré que les pectines peuvent être utilisées comme stabilisateur d'émulsion, Ces dernières sont également utilisées comme stabilisateur pour les acides (des produits laitiers).

VI.2. Pectines dans la médecine et l'industrie pharmaceutique

Jusqu'en 2002, la pectine était l'un des ingrédients principaux utilisés dans des pastilles pour le mal de gorge comme adoucissant. Dans les produits cosmétiques, elle agit en tant que stabilisateur et est employée dans les préparations curatives de blessures et particulièrement et surtout dans les adhésifs médicaux, tels que les dispositifs de colostomie **(Pranati et al.2011)**. Comme prophylactique naturel, la pectine agit contre l'empoisonnement des cations toxiques. Lorsqu'elle est injectée par voie intraveineuse, elle réduit le temps de coagulation du sang prélevé. De ce fait, elle est utile dans le contrôle de l'hémorragie ou de saignement local. **(Pranati et al. 2011)**. Cependant, elle a une action antimicrobienne in vitro à l'égard de quelques souches bactériennes **(Ziad et al.2013)**. Dans les formulations à libération contrôlée, les hydrogels de pectine se trouvent dans les comprimés comme liant **(Sriamornsak, 2003)**. La pectine s'est révélée aussi d'une action prometteuse dans les colites ulcéreuses, la maladie de Crohn et du cancer du côlon **(Pranati et al.2011)**.

Chapitre II :procédés d'extraction

Les substances pectiques qui sont un groupe de polyosides amorphes, font fonction de ciment-intracellulaire. Dans l'industrie alimentaire, les pectines sont employées pour leurs propriétés gélifiantes et épaississantes. Des pectines peuvent être extraites à partir des murs de cellules par des méthodes physiques, chimiques et enzymatiques. Les méthodes physiques, telles que l'extrusion-cuisson ou l'extraction assistée par micro-onde, peuvent être employées (**Panouillé et al. 2006**).

I. Extraction assistée par micro-onde

Extraction assistée par micro-ondes est une nouvelle technique qui combine l'utilisation des micro-ondes et d'autres méthodes traditionnelles. Dans ce procédé, la matière Végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau propre à la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques condensation, refroidissement, et décantation. Des études démontrent que cette technique possède plusieurs avantages tels que le gain de temps d'extraction, utilisation de petites de solvants, et rendement d'extraction élevé (**Hemwimon et al.2007**).

II. Extraction par voie chimique

L'extraction par voie chimique consiste à solubiliser les pectines restant dans la pulpe ou les écorces, à l'aide d'acide dilué, à chaud. Le processus de production de pectine comprend trois étapes principales :

- Préparation de la matière première et solubilisation de la protopectine.
- Précipitation alcoolique des pectines.
- Lavage, séchage, broyage et standardisation des pectines extraites.

Les conditions d'extraction (pH, température, temps et ratio : solide-liquide) doivent être optimisées pour obtenir chaque type de pectine avec des rendements acceptables

Pour des pH de l'ordre de 1.5 à 3 et des températures de 40 à 90° C, la durée de l'extraction peut varier de 10mn à 90 min (**Erika K et al. 2009**)

III. Extraction physique

L'extraction des pectines de paroi végétale exige un milieu aqueux (eau pure, agent chimique dilué ou enzymatique). Cependant de nombreux procédés d'extraction des pectines sont considérés comme physiques (ou mécaniques) (tableau 10, en annexe). Parmi ces procédés on trouve **(Fiscaux et Chau 2000 ; Fishman et al. 2000, Sateumdn et al. 2006, cités par Fishman et al. 2006)** :

- ° Extraction par cuisson – extrusion.
- ° Extraction par Micro-onde
- ° Extraction par Soxhlet ou pression manuelle.
- ° Extraction par Flash-détente.

Le rendement et la composition osidique des pectines extraites par cuisson – extrusion varient en fonction des paramètres d'extraction. Le rendement est dans certains cas similaire à celui obtenu par extraction acide **(Ralet et Thibault, 1994 cités par Yapo, 2007)**.

L'extraction par Soxhlet donne un rendement pectique plus important que l'extraction par pression manuelle. Cette dernière conduit dans certaines conditions à un rendement plus élevé que l'extraction par micro-onde assistée.

IV. Extraction enzymatique

Extraction enzymatique de la pectine dépend de la capacité des enzymes à montrer des réactions avec une spécificité et une sélectivité précises. Les enzymes utilisées pour extraction de la pectine perturbent composants de la paroi cellulaire végétale, facilitant la libération de pectine, diminuant ainsi globalement temps d'extraction **(Renard C .2010)**

Il a été démontré que cette méthode augmente le rendement de l'extraction de la pectine par rapport à la méthode d'extraction conventionnelle. De plus, l'extraction peut être effectuée à une température plus basse, car la chaleur n'est pas nécessaire pour perturber la paroi cellulaire végétale, et réduire ainsi la consommation énergie. Cependant, des conditions de température et de pH

spécifiques doivent être maintenues pour permettre une action enzymatique optimale **(Meziti. H. 2019)**

De plus, protopectinases, cellulases, protéases, hémicelluloses, et les xylanases sont les enzymes les plus couramment utilisées pour l'extraction de la pectine. Protopectinases solubiliser la pectine à partir de la protopectine végétale insoluble **(Marie Carene Nancy Picot-Allain a et al. 2020)**

V. Extraction par hydrolyse acide

La procédure d'extraction habituelle implique l'utilisation d'eau acidifiée à un pH compris entre 1 et 4.5 avec de l'acide minéral, comme l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique ou l'acide nitrique. Les écorces d'agrumes écrasés sont ajoutées à cette eau acidifiée puis agités légèrement à une température comprise entre 60-95 °C pendant une période comprise entre 30 min et plusieurs heures. Le mélange d'eau solide est ensuite séparé par centrifugation ou filtration. Dans le filtrat, la pectine est précipitée avec l'addition d'alcool. Le filtrat est concentré par évaporation afin de minimiser la quantité d'alcool utilisée. La pectine isolée est ensuite lavée à nouveau avec de l'alcool, séchée et broyée **(Khan et al. 2015)**

VI.Extraction par les agents complexant

L'extraction des pectines s'effectue à partir d'un matériel finement broyé en milieu aqueux ou faiblement acide, ou encore en utilisant des agents complexant, comme l'EDTA ou l'oxalate de sodium **(Multon, 1991)**. La pectine est extraite en employant les procédures d'extraction suivantes : Solubilisation par HCl (pH 2.5, 90°C, 90 minutes); Précipitation soit par l'oxalate d'ammonium (0,25%, pH 3.5, 75 °C, 90 minutes) ou avec de l'EDTA (EDTA : Acide disodique-éthylène-diamine-tétra acétique) (0,5% 90 °C, 90 minutes) **(Kar et al. 1999)**.

VII. Extraction par Pression

L'extraction des pectines d'agrumes réalisée sous pression, tout en préservant le rendement massique d'extraction, génère, par rapport à des protocoles conventionnels, des extraits de masses moléculaires plus importantes (**Brat et al. 2002**).

Chapitre III : Généralités sur l'orange

I. Historique

L'oranger, *Citrus sinensis*, est originaire du sud-est de la Chine où il poussait déjà, semble-t-il, 2000 ans avant J.-C. Il a ensuite été implanté en Inde où les habitants l'appelaient « nagrung » un terme dérivant de nagaranga qui désigne la maladie de l'éléphant ayant mangé de trop grandes quantités de fruits verts.

L'arbre gagne lentement du terrain et finit par arriver en Espagne vers le VII^e siècle. Ce n'est que mille ans plus tard qu'il est introduit en France. Sous le règne de Louis XIV, l'orange devient un fruit à la mode et le roi soleil fait même construire une orangerie à Versailles pour que ses jardiniers puissent en produire (**Bringer et al. 2004**).

II. Description de l'orange

Les variétés d'agrumes sont très nombreuses. Elles sont même en augmentation car de nouveaux hybrides apparaissent régulièrement sur les marchés. Parmi les principales variétés, les oranges navels et décrite ci-dessous.

- Orange Thomson navel (Synonymes Bahia) :

Selon (**Jacquemond et al. 2009**) l'orange Thomson navel est issu d'une mutation précoce de navel introduite en Californie en 1891. L'arbre est moins vigoureux que celui de la Washington navel, avec une frondaison dense et sphérique. Les fruits se récoltent de novembre à décembre en Corse. Ils sont généralement de mauvaise qualité dès qu'ils ont atteint leur maturité dans les conditions de la Corse, à cause d'un taux de jus très faible. Les fruits sont plutôt gros (100 à plus de 200 g) et sans pépin. Ils sont de couleur orange, faciles à éplucher. Cette ancienne variété est aujourd'hui largement remplacée par des sélections de navels précoces de meilleure qualité.



Figure 7.Orange douce (Thomson Navel) originale, 2019

II.1. Structure du fruit

L'orange est un agrume qui peut aussi être appelé hesperidium. L'hesperidium diffère de fruits comme la tomate ou le raisin car il possède une peau dure et solide qui protège la partie comestible du fruit (**Davies et Albrigo, 1994**). La structure d'une orange est présentée dans la figure. Les parties caractéristiques communes aux agrumes sont les suivantes :

- Une couche extérieure colorée, le flavedo, rappelant le mot « flaveur » car elle contient les glandes à huiles essentielles,
- Une couche intérieure blanche et spongieuse, l'albédo (ou mésocarpe), riche en pectines,
- Une partie comestible, l'endocarpe ou épiderme interne. Dans le cas des oranges, les cellules très juteuses formant des sacs à jus ou encore vésicules à jus sont des poils produits par l'endocarpe. Les segments (ou quartiers) qui comprennent de nombreuses vésicules sont séparés par des parois carpellaires ou membranes constituées de cellulose, pectine et hémicelluloses. Les segments sont attachés à la partie centrale du fruit appelée columelle.

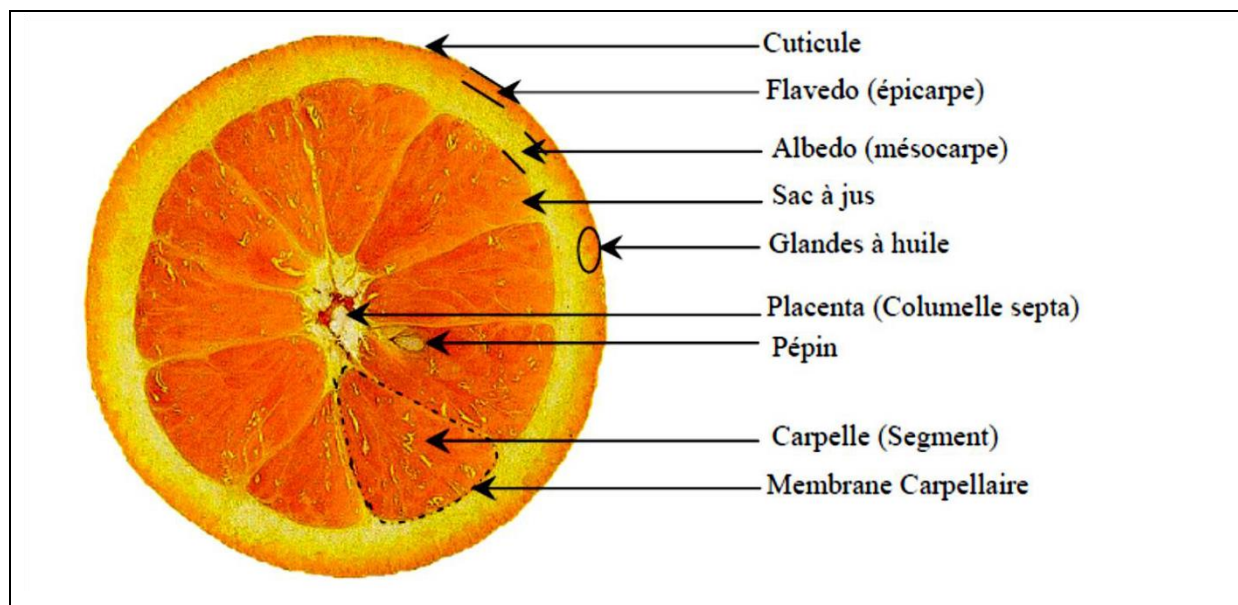


Figure 8. Coupe transversale d'une orange variété Thomson Navel (**Guimaraes et al.2010**).

II.2. Composition et valeur nutritive

Les oranges présentent une composition diversifiée. Elles contiennent très peu de lipides, de protéines et de fibres. Elles représentent une excellente source de vitamine C mais aussi une bonne source des vitamines A (rétinol), B3 (nicotinamide), B5 (acide pantothénique), B6 (pyridoxine) et E (**tableau 2**)

Tableau 2. Composition chimique des oranges douces (**Soucis et al.1994**)

Composant(g)	moyenne	intervalle
eau	85.7	84.3-87.2
protéines	1	0.8-1.3
lipide	0.2	0.1-0.37
Glucide	8.25	-
fibres	1.6	-
Acides organique	1.13	-
minéraux	0.48	0.38-0.57

III. Classification et principales variétés

La classification des oranges est présentée dans le tableau suivant :

Tableau 3. Systématique de l'orange douce (**Citrus sinensis L.**) (Kimball, 1999 ; Manner et al. 2006 ; Nicolosi, 2007 ; Pena et al. 2007).

Règne	végétale
ordre	geraniales
Sous-ordre	geraniineae
classe	Dicotyledoneae
Sous-classe	Archichalmydeae,
division	Embryophyta,
Sous-division	Angiospermes
famille	Rutaceae,
Sous-famille	Aurantiodeae,
tribu	Citreae,
Sous-tribu	Citrinae,
genre	Citrus
Espèce	Citrus sinensis

VI. Principales variété de l'orange

Les oranges douces, sont les plus consommées. Elles sont utilisées en fruit et certaines variétés servent à l'élaboration des jus. Parmi cette espèce, trois catégories principales sont communément dénombrées : oranges navels, oranges blondes, oranges sanguines.

- **Les oranges navels**, caractérisées par une excroissance « ombilic » ou « navel » en anglais dans leur partie inférieure et une quasi absence de pépins. Ces oranges sont les plus consommées en fruits de bouche. D'après (Saunt, 1990), elles sont moins juteuses que la plupart des autres variétés et elles développent une certaine amertume lors du pressage ce qui peut les rendre impropres à une production de jus.

- **Les oranges blondes**, dont la principale variété est la Valencia, première variété commerciale de tous les types d'agrumes. Celle-ci peut être rencontrée dans toutes les zones principales de production d'oranges (Kimball, 1999). Les oranges blondes développent beaucoup moins d'amertume que les oranges navels lors de leur pressage. Elles sont donc principalement transformées en jus.

• **Les oranges sanguines**, caractérisées par leur chair colorée due à des pigments rouges, des anthocyanes. Ceux-ci sont sensibles aux techniques d'extraction des jus et au stockage du jus, et leur dégradation peut donner une couleur brune indésirable au produit.

IV. Production et répartition géographique de l'Orange en Algérie

L'Algérie disposait d'une superficie de 45.000 ha en agrumes à l'indépendance. Certes en 2011, la superficie en agrumes s'étalait sur 63.323 ha. Actuellement, seuls 55.00 ha sont productifs. Le centre du pays compte 56% de cette surface d'agrumes, 30% se trouvent à l'est du pays, et 14% à l'ouest (Houaoura, 2013), insiste sur les bonnes pratiques utilisées dans les vergers par nos aînés dans le passé. D'ailleurs, le goût des oranges algériennes était très apprécié, indique-t-il.

Les principales wilayas agrumicoles sont : Blida (15809 ha), Chlef (5777 ha), Alger (5065 ha), Relizane (4417 ha), Mascara (4232 ha), Mostaganem (4079 ha), Tipaza (3725ha). En fin juillet 2011, il a été créé le premier club des agrumiculteurs en Algérie à Tipaza (Anonyme, 2013). La figure ci-dessus représente les surfaces des productions des oranges (2009/2014) en Algérie :

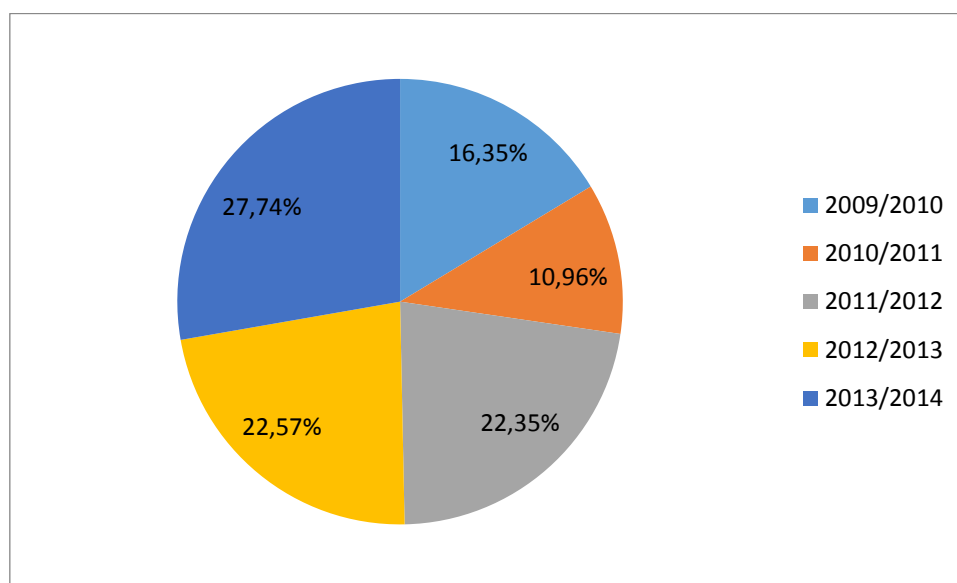


Figure 9. Taux de production des orangers en Algérie (DSA d'Alger, 2009/2014)

Partie II :Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et Méthodes

L'expérimentation de cette présente étude, a été menée dans laboratoire de PFE de FSNV de l'université de Blida 1 durant une période de deux mois (février, mars 2022)

L'étude repose sur deux parties :

-La première partie : l'extraction de la pectine à partir des écorces de l'orange en utilisant deux méthodes d'extraction

-la deuxième partie : l'analyse physico-chimique et comparaison entre la pectine de l'écorce d'Orange et la pectine commerciale (pomme).

I. Matériel

I.1. Matériel végétal

L'extraction de la pectine est effectuée à partir de l'écorce de l'agrume d'orange variété THOMSON. Cette dernière a été récoltée le mois de février dans la région de Boufarique (Wilaya de Blida)

Pour la pectine commerciale est issue de pomme de la marque MyKiTCHEN, fabriqué à Alger (Elle est composée d'un SIN 440)

I.2. Matériel non biologique

La liste des produits ainsi que le matériel utilisé durant la partie expérimentale sont résumée dans l'annexe 1.

II. Méthodes

II.1 Préparation de la poudre d'orange :

Les oranges de la variété THOMSON fraîchement récoltés sont amenés au laboratoire pour l'extraction. La première étape est le lavage avec de l'eau courante pour éliminer la saleté et la terre sur les surfaces. Ensuite, l'écorce a été complètement retirée et découpée en dés (figure 10). Le séchage est effectué dans une étuve à une température de (40 à 50) c° (figure 11) jusqu'à la stabilité du poids. Les écorces ont été ensuite triturées (figure12) à l'aide d'un broyeur. La poudre obtenue (figure13) a été conservée dans des boîtes en verre pour l'analyse.

- Tableau séchage de trois essais d'écorce (voir annexe 3)



Figure 10.Ecorces d'orange découpés **Figure 11.**Séchage des écorces dans l'étuve



Figure 12.Ecorce d'orange après séchage **Figure 13.**Broyage de l'écorce séché

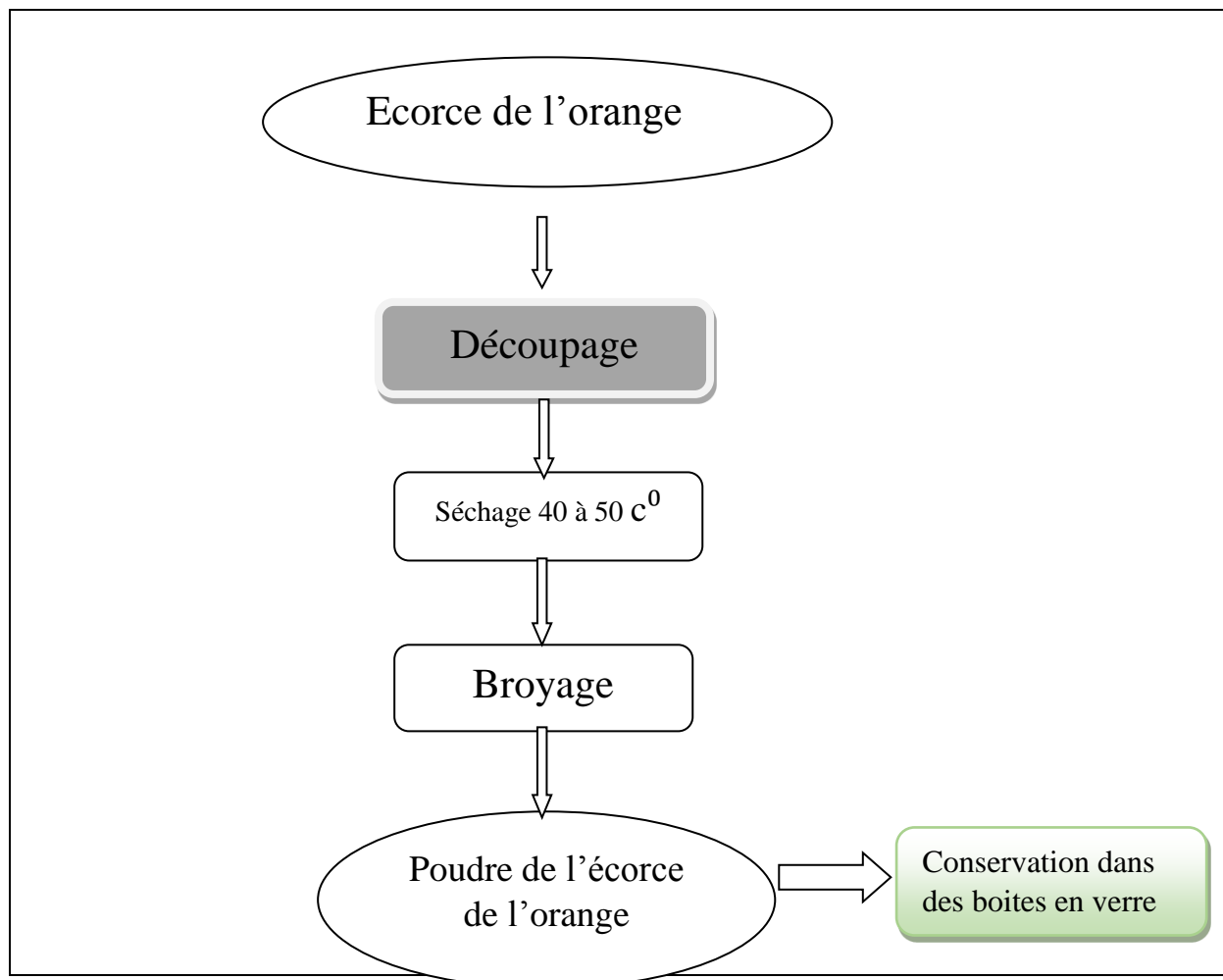


Figure 14.La préparation de la poudre de l'orange

II.2. Taux D'humidité :

La teneur en humidité est le pourcentage en eau perdu durant le séchage par rapport à la matière fraîche. Le taux a été déterminé selon la méthode suivante :

Une masse de 100 g de l'écorce d'orange a été introduite dans une étuve portée à une température de (40 à 50) °C. Ce matériel végétal reste soumis au séchage jusqu'à ce que son poids devienne constant (figure 15) **(Berardini et al, 2005)**. Cette opération a été répétée trois fois.

Le taux d'humidité est calculé par la relation suivante :

$$H\% = \frac{(M^2 - M^3)}{(M^2 - M^1)} \times 100$$

M¹ : la masse du papier vide.

M² : la masse du papier + la prise d'essai avant le séchage.

M³ : la masse du papier + la prise d'essai après le séchage.

H : humidité.

Le pourcentage en matière sèche (MS%) est exprimée selon la formule suivante

$$MS\% = 100\% - \%H$$



Figure 15 : Détermination de la teneur en humidité de l'écorce d'orange

II.3. Extraction de pectine

- La préparation des solutions d'éthanol et HCL (voir annexe 2)

II.3.1. Extraction par traitement acide

La pectine est extraite selon la méthode de **(Lekbir, 2008)**. La pectine est extraite de la poudre l'écorce d'orange dans une solution d'acide chaude, puis précipitée dans une solution d'alcool.

L'extraction est effectuée selon les étapes suivantes (figure16):

- Peser 10g de la poudre de l'écorce
- La poudre est mise dans 200ml HCl (0.1N) sous agitation et chauffage 90°C pendant 45min
- Le refroidissement : le mélange est plongé dans la glace pour arrêter l'hydrolyse
- L'extrait obtenu est filtré et Le surnageant est récupéré
- La pectine est alors précipitée avec deux volumes d'alcool 96° pour un volume de surnageant. Le précipité obtenu est lavé par un volume d'alcool 66°.
- Le culot est recueilli, séché et enfin broyé en poudre.
- La poudre fine qui été conditionnée dans des boites hermétiquement fermées à une température inférieure à 10 °C.

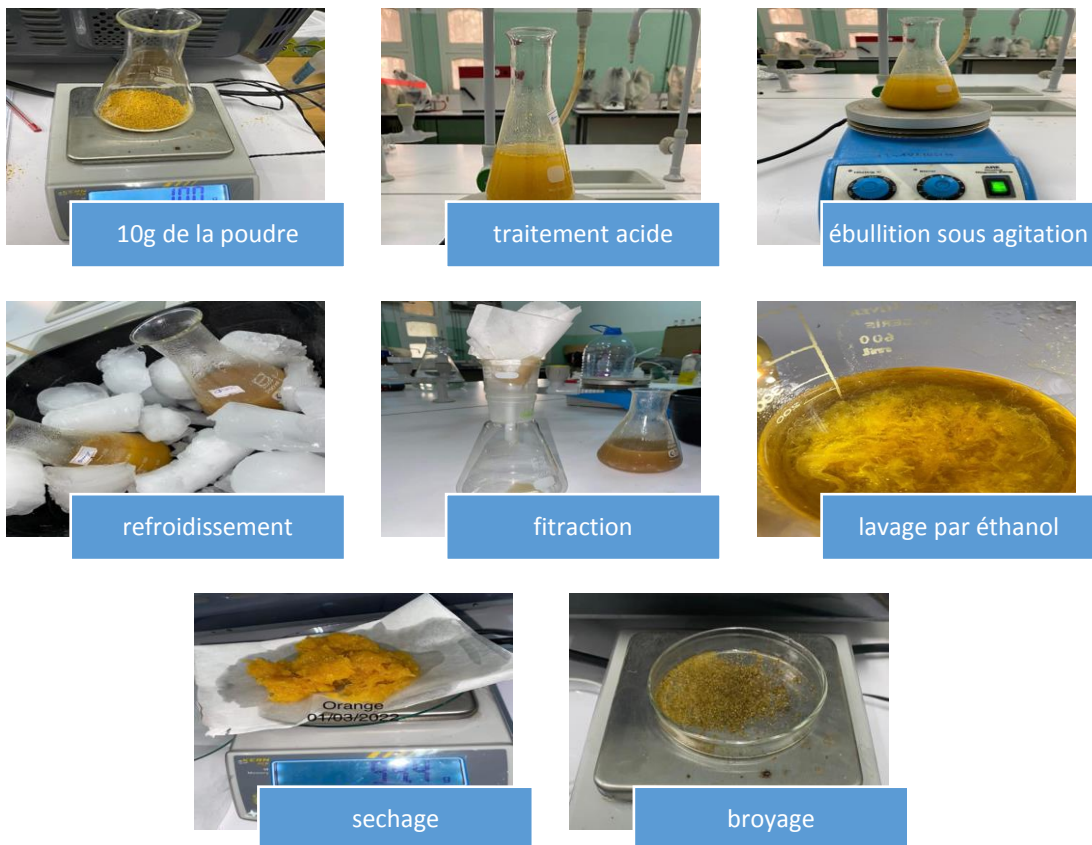


Figure 16.Étapes d'extraction de la pectine par la méthode de traitement acide

II.3.2. Extraction par un agent complexe

La deuxième technique de l'extraction des pectines s'effectue à partir d'un matériel finement broyé en milieu aqueux ou faiblement acide avec utilisation d'un agent complexant, l'oxalate d'ammonium selon la technique de **(Multon, 1991)**.

Les étapes sont pratiquement les mêmes que celle de traitement acide avec quelques modifications :

- Peser 10g de la poudre de l'écorce
- La poudre est mise dans 200ml de l'eau acidifiée avec HCl (pH= 2.5) sous agitation et chauffage 90°C pendant 45min
- Le refroidissement : le mélange est plongé dans la glace pour arrêter l'hydrolyse
- L'extrait obtenu est filtré et Le surnageant est récupéré
- Ajouter oxalate d'ammonium (500ml de la filtration avec 25 ml d'oxalate d'ammonium) sous agitation pendant 15 min.
- On laisse stabiliser le filtrat 30min au frais
- La pectine est alors précipitée avec deux volumes d'alcool 80° pour un volume de surnageant. Le précipité obtenu est lavé par un volume d'alcool 60°.
- Le culot est recueilli, séché et enfin broyé en poudre.
- La poudre fine qui été conditionnée dans des boîtes hermétiquement fermées à une température inférieure à 10 °C.

II.4. Rendement

Après l'extraction, les pectines humides sont séchées à 45°C jusqu'à ce que leur poids devienne constant, refroidies au dessiccateur, puis pesées au moyen d'une balance de précision. Le rendement est exprimé en poids de pectines sèches extraites à partir de 10g de matière première (écorce d'Orange séché)

Le rendement en pectine est calculé suivant l'équation suivante :

$$\text{R.pectine (\%)} = 100 \times P / E$$

Où (R.pectine) est le rendement de la pectine extraite en pourcentage,

(P) : le poids de la pectine extraite,

(E) : le poids des écorces d'orange séchées utilisées durant l'extraction.

II.5. Analyses physico-chimiques

Les analyses effectuées dans cette partie se sont des comparaisons entre la pectine extraite de l'orange et la pectine commerciale.

- Les tableaux de séchage d'écorce, de pectine et de cendre (voir annexe 3)

II.5.1. Teneur en humidité

L'humidité est déterminée selon la méthode de l'AOAC, 1980. Une prise de 1g de la pectine commerciale et la pectine d'orange a été chauffé dans l'étuve à 105°C pendant 4h. La teneur en humidité a été exprimée en pourcentage H%

Le taux d'humidité est calculé par la relation suivante :

$$H\% = \frac{(M^2 - M^3)}{(M^2 - M^1)} \times 100$$

M¹ : la masse du papier vide.

M² : la masse du papier + la prise d'essai avant le séchage.

M³ : la masse du papier + la prise d'essai après le séchage.

H : humidité.

Le pourcentage en matière sèche (MS%) est exprimée selon la formule suivante

$$MS\% = 100\% - \%H$$

II.5.2. Taux de cendres

Le taux de cendres est estimé par un échantillon 1g et 1.6 g

Les deux pectines incinérées dans un four à moufle à 600°C pendant 4h selon la formule suivante :

$$\text{Cendre} = \frac{\text{Masse de cendre}}{\text{Masse de pectine}} \times 100$$



Figure 17. Four à Moufle à 600C° **Figure 18.** Les cendres obtenues

II.5.3. Détermination du poids équivalent

Le poids équivalent, la teneur en méthoxyle, et l'acide galacturonique sont déterminés selon la méthode par Owens et al, 1952. La valeur du poids équivalent est utilisée pour calculer la teneur en acide galacturonique.

L'expérimentation est effectuée selon le protocole suivant :

- Une prise d'essai de 0.5g de pectine commerciale et pectine d'orange est ajoutée à 5ml d'éthanol
- Ensuite on ajoute 1g de de chlorure de sodium (NaCl) dans la solution
- Puis, on additionne 10ml d'eau distillée avec 6 gouttes de rouge de phénol (comme indicateur coloré)
- Une agitation rapide est appliquée pour s'assurer que la pectine soit bien solubilisée.
- La solution est titrée avec du NaOH (0.1N) avec une agitation jusqu'à ce que la couleur (rouge de phénol) devient rose persistante pendant au moins 30 secondes et on note V1

L'équation suivante est utilisée pour calculer le poids équivalent :

$$\text{Poids équivalent} = \frac{\text{Masse de l'échantillon} \times 1000}{\text{Volume de NaOH} \times \text{Normalité de NaOH}}$$

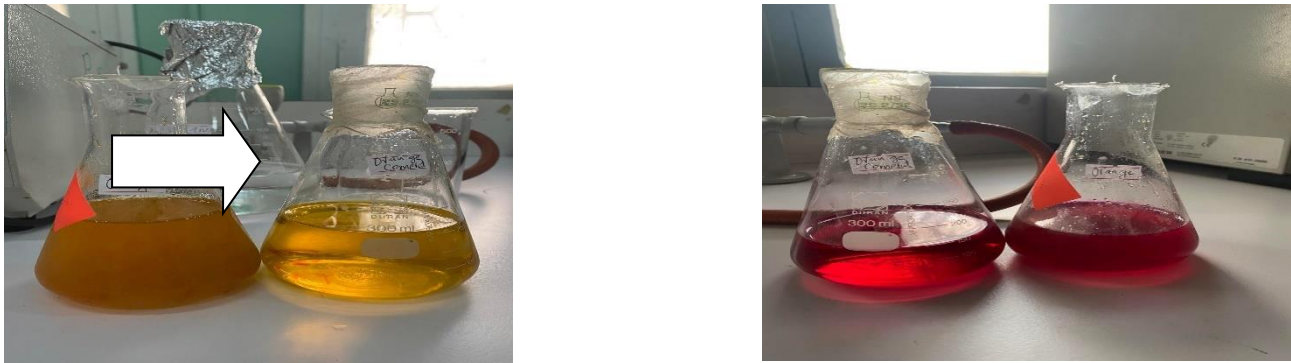


Figure 19. changement de couleur de solution vers le rose

II.5.4. Teneur En Méthoxyle :

La solution neutralisée obtenue précédemment est utilisée pour la détermination de la teneur en méthoxyle (MeO).

- L'addition de 25 ml de NaOH 0.25N à la solution neutralisée avec agitation.
- Puis la solution est laissée reposer pendant 30 min à température ambiante.
- Ensuite, 25ml de HCl (0.25N) est ajoutée et la solution est titrée avec du NaOH (0.1N) jusqu'au virage de la couleur de l'indicateur coloré (rouge de phénol) au rose et on note V2

Le calcul du teneur en méthoxyle est selon l'équation suivante :

$$\text{MeO (\%)} = \frac{\text{még de NaOH} \times 31 \times 100}{\text{masse de l'échantillon (mg)}}$$

Où : még : mélli équivalent. 31 : masse moléculaire de méthoxyle (MeO).

II.5.5. Teneur en acide galacturonique :

La teneur en acide galacturonique est calculée par l'utilisation de la valeur de poids équivalent et la teneur en Méthoxyle (MeO) par l'équation suivante :

$$\text{AGU (\%)} = \frac{176 (\text{még de NaOH pour l'acide libre} + \text{még de NaOH pour saponification}) \times 100}{\text{masse de l'échantillon (mg)}}$$

Où : 176 : masse moléculaire de l'acide uronique.

II.5.6. Degré D'estérification :

Le degré d'estérification reliée est La teneur en méthoxy

Les pectines appartiennent à un des trois groupes définis par leurs degrés d'estérification qui sont exprimés par leur proportion de la fonction ester $-\text{COOCH}_3$ par rapport à la fonction acide $-\text{COOH}$. Il existe donc des pectines hautement méthoxylées ou HM dont le degré de méthylation est supérieur à 50 %, des pectines faiblement méthoxylées ou FM dont le degré de méthylation est compris entre 5 et 50 %, et des acides pectiques dont le degré de méthylation est inférieur à 5 %. Les unités répétitives qui sont prises en considération pour cette mesure sont données ci-dessous (**Combo et al. 2011**).

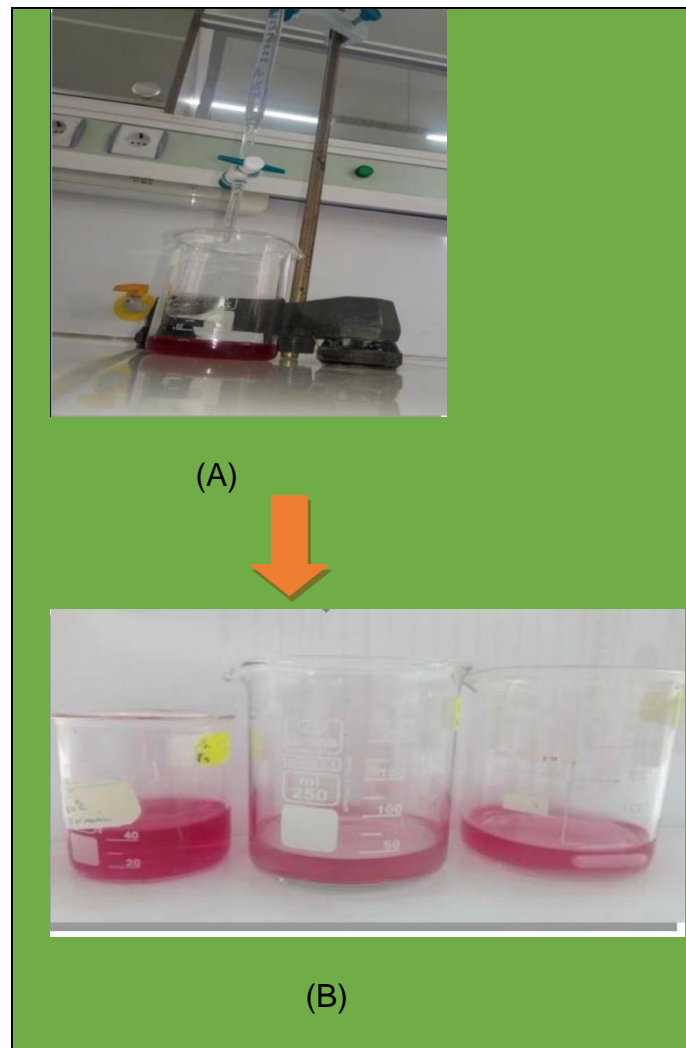


Figure 20.Degré d'estérification par titrage

Le degré d'estérification de la pectine (DE) est calculé comme suit :

$$\text{DE (\%)} = \frac{176 \times \text{MeO (\%)} \times 100}{31 \times \text{AGU (\%)}}$$

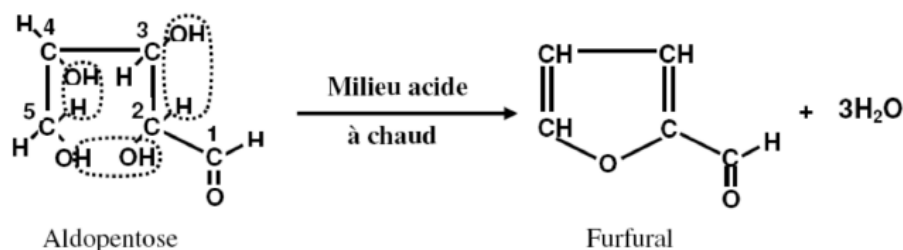
Où : MeO : teneur en méthoxyde.

AGU : teneur en acide galacturonique.

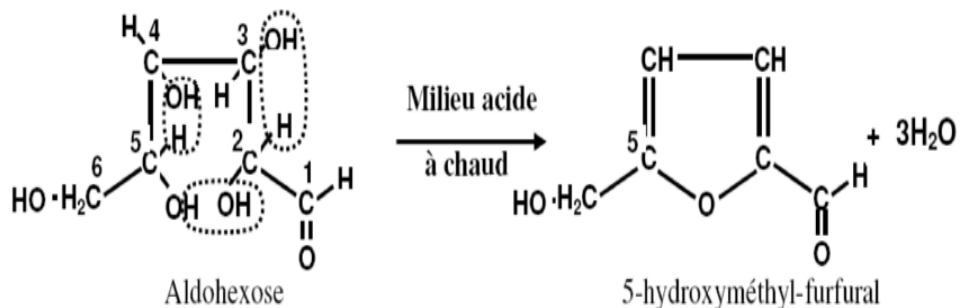
II.6. Dosage des sucres solubles :

La concentration en oses neutres est déterminée selon la méthode de **(Dubois et al. 1956)**, cette technique repose sur la réaction des dérivés du furfural (dérivés aldéhydiques du furane) issus de la dégradation des oses neutres sous l'action des acides forts, qui se condensent avec le phénol pour donner des complexes de couleur brun-jaune, dont l'absorbance est proportionnelle à la quantité d'oses neutres.

• Aldopentose Furfural



• Aldohexose 5-hydroxyméthyl-furfural



Mode opératoire :

- **Préparation de l'échantillon**

-on mélange 1g de pectine commerciale et de pectine d'orange avec 50ml d'eau distillée et de 1g de carbonate de calcium(CaCO_3)

-puis le mélange subit un chauffage jusqu'à l'ébullition pendant 30min avec le maintien d'agitation

-après le refroidissement du mélange, on complète le volume jusqu'à 100ml, puis on ajoute une quantité d'acétate de plomb (10%)

-on faire une 1ere filtration pour éliminer les protéines précipitées par l'acétate du plomb.

-après cette opération, on ajoute une quantité d'oxalate de potassium qui se combine avec l'excès d'acétate de plomb et on fait une 2eme filtration.

- **Dosage :**

-à partir de l'extrait filtre on prend 1ml qu'on mélange avec 1ml de phénol (5%) et 5ml de H_2SO_4 concentre :

-on chauffe pendant 10 à 15min avec le maintien d'agitation

-puis en refroidi et en fait la lecture de la Densité optique à 485nm des échantillons, du témoin.

Une courbe d'étalonnage est préparée de la même manière que les échantillons pour permettre de déduire la concentration de notre substance dans l'extrait. La solution mère est à base du glucose à 0.5mg/ml, puis on la repartit dans des tubes à essai comme suit :

	T1	T2	T3	T4	T5	T6
SM (glucose) (ml)	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Eau (ml)	1	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5

Chapitre II : Résultats et discussion

Dans ce chapitre sont présentés les résultats d'extraction de la pectine à partir de l'écorce de l'orange variété THOMSON.

I. Taux de l'humidité d'écorce d'orange

Le taux d'humidité a été calculé à base d'écorce sèche après stabilisation du poids et présenter dans la figure suivante :

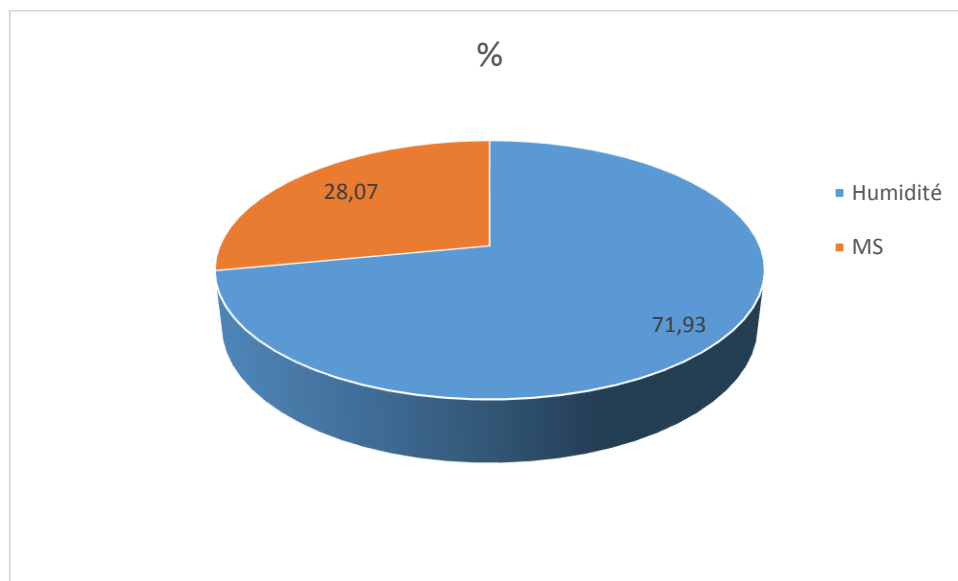


Figure 21. Pourcentage de l'humidité par rapport à la matière sèche de l'écorce d'orange

Les résultats obtenus montrent que le taux d'humidité est de $71.93\% \pm 1.13$. Donc plus de 70% du poids frais de l'écorce de l'orange est de l'eau contre une matière sèche de moins de 30%.

Ces résultats pouvant être comparés avec des données de différents travaux réalisés dans le même contexte. D'après (**Duan et al. 2014**) qui ont travaillé sur les différentes variétés d'agrumes cultivées, les teneurs varient de 84.2 à 90.7%, qui sont semblés plus élevés que nos résultats.

Les variations en teneur en eau de différentes variétés d'oranges peuvent être dues aux certains nombres de facteurs, ainsi de la diversité entre les variétés (d'orange et de citron) et les facteurs environnementaux (climat, fertilité du sol et degré de maturité) (**Del Caro et al. 2004**).

II. Extraction de pectine

L'extraction de la pectine a été effectuée par deux techniques : le traitement acide et l'agent complexe.

L'expérimentation d'extraction par l'agent complexe n'a pas pu aboutir à des résultats escomptés. La précipitation de la pectine vers la fin de l'expérience a échoué. Donc tous les résultats qui sont représentés à partir de cette partie seront une comparaison entre la pectine extraite par traitement acide et la pectine commerciale (pomme)

II.1. Rendement

C'est la quantité de la pectine extraite à partir de la poudre séchée de l'écorce de l'orange.

Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure suivant :

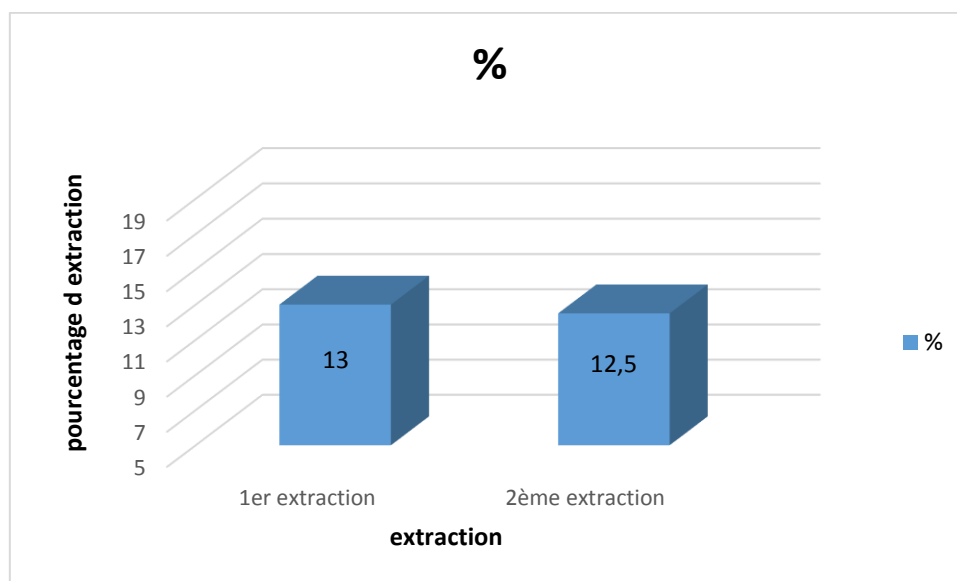


Figure 22. Rendement de la pectine extraite à partir d'écorce d'Orange en deux répétitions

Le rendement a été calculé à partir de la poudre de l'écorce de l'orange séché. Le résultat obtenu montre que le rendement de pectine est varié entre 12.5 à 13% du poids sec de la poudre.

Le rendement en pectine dépend du type de matières premières et des méthodes de traitements préliminaires. Le processus d'extraction, la variété, et le stade de la maturité peuvent affecter la quantité et la qualité de la pectine extraite (Kar et al. 1999). Les travaux réalisés par Arioui, 2017, montrent un rendement de pectine de 24.33% extraite par traitement acide qui un pourcentage plus élevé que nos résultats.

Wang et al. 2008, ont étudié le rendement de pectines sur huit variétés d'agrumes, cette étude confirme qu'il y a une variation de la teneur en pectine d'une variété à une autre. De façon générale, une réduction du rendement de pectine peut être due aussi au séchage des peaux d'orange dans des séchoirs rotatoires. (Crandall et al. 1978, Prasanna et al. 2007).

II.2. Analyses physico-chimiques

II.2.1 Taux de l'humidité de la pectine

Le taux d'humidité de pectine d'orange extraite et la pectine commerciale (pomme) sont calculés et rapportés sur l'histogramme ci-dessous (figure 23)

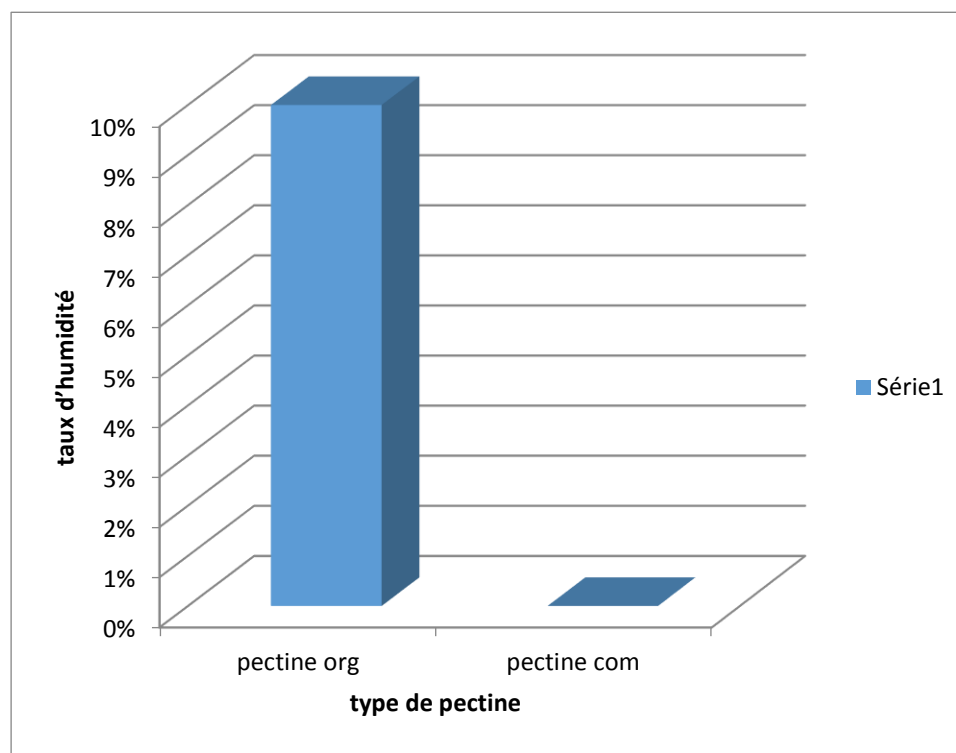


Figure 23. Taux d'humidité de pectine orange et pectine commerciale après séchage

Au regard des résultats obtenus, il ressort que les différents échantillons analysés présentent un taux d'humidité différent avec un pourcentage de 10 % du poids secs de la pectine de l'orange au contraire absence totale de l'humidité dans la pectine commerciale (0%).

Donc, la pectine commerciale est très bien séchée par rapport à la pectine préparé au niveau de laboratoire.

L'humidité est un facteur très important pour la conservation de la pectine. Un faible pourcentage en humidité augmente les durées de stockage et inhibe la croissance des microorganismes qui affectent la qualité des pectines par production d'enzymes hydrolytiques à savoir (pectinases) (Mohamadzadeh et al. 2010).

II.2.2. Taux de cendre

Les résultats des teneurs en cendres de la pectine d'orange en comparaison avec la pectine commerciale sont résumés dans la figure :

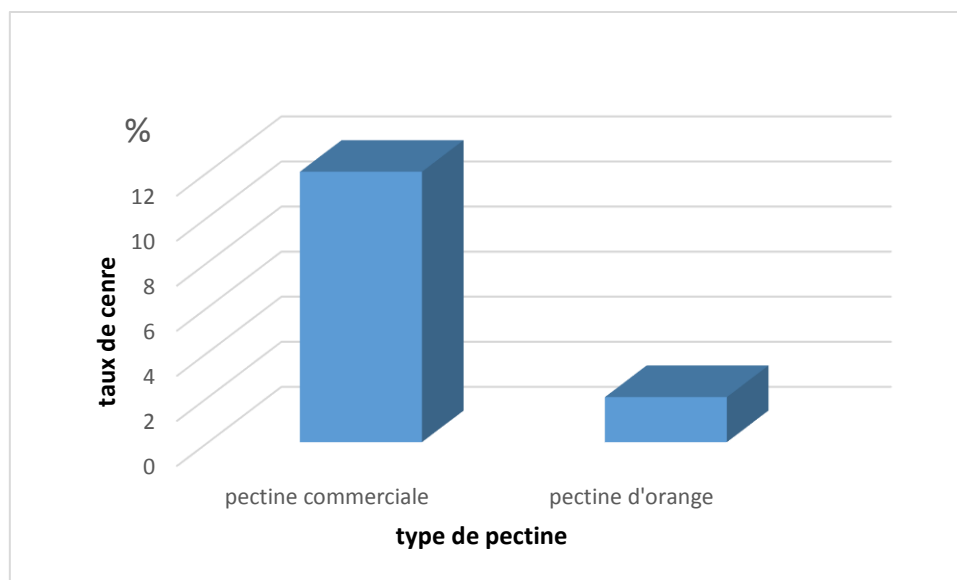


Figure 24. Taux de cendres de la pectine d'orange et la pectine commerciale

Les résultats obtenus montrent La teneur en cendre de la pectine d'écorce d'orange est évaluée à (2 %) ; alors que celle de la pectine commerciale est de l'ordre de (12%). Les taux en cendre de la pectine expérimentale est inférieure à ceux de la pectine commerciale

Selon, **Araoui, 2017**, La teneur en cendre de la pectine d'écorce d'orange est estimée à $(9.00\% \pm 1.00\%)$; comparais avec la pectine commerciale est qui est $(11.33\% \pm 0.57\%)$. Ces résultats sont plus élevés comparées avec celle obtenus dans notre étude.

Une faible teneur en cendre est favorable pour la formation d'un gel. La limite maximale de la teneur en cendre pour une meilleure qualité des gels de pectine est de 10% (**Ismail et al. 2012**).

II.2.3. Poids équivalent

Le but de cette expérience est de connaître le poids équivalent de la pectine de l'orange vis-à-vis la pectine commerciale. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure suivante :

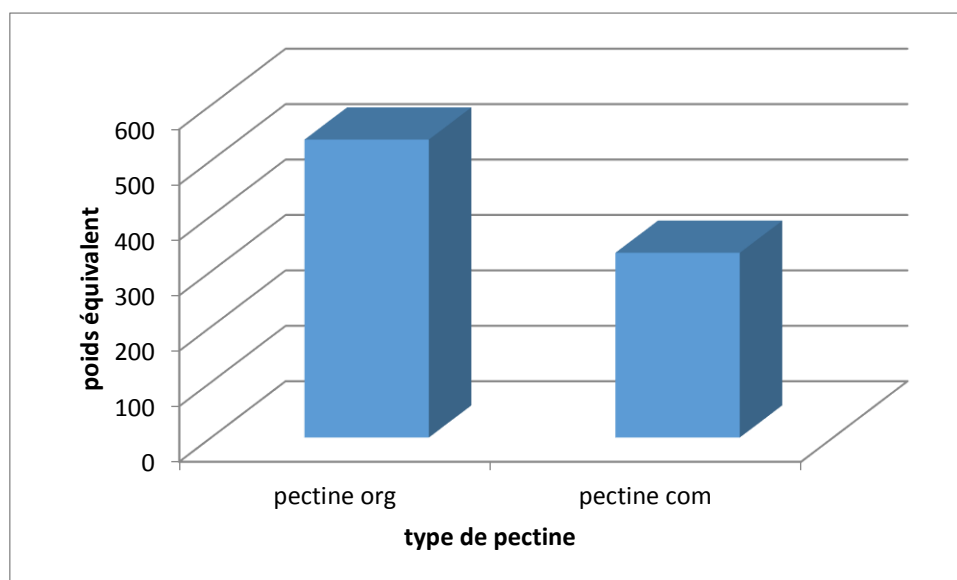


Figure 25. Poids équivalent de la pectine d'Orange et la pectine commerciale

Le poids équivalent de la pectine commerciale est inférieure au poids équivalent de la pectine obtenue après l'extraction d'écorce d'orange (537.63 et 333.33 respectivement).

D'après ces résultats nous concluons que la plus grande de poids équivalent de pectine valeur enregistré chez l'écorce d'Orange et Cette valeur peut varier selon le degré de maturation de la matière première.

Selon (**Azad et al. 2014**) le poids équivalent de la pectine extraite varie pendant trois stades de maturation : avant maturation, maturation et après maturation, respectivement.

II.2.4. Teneur En Méthoxyle

La teneur en méthoxyle est un facteur très important pour contrôler le temps et la capacité de formation des gels de pectine. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous (figure 26) :

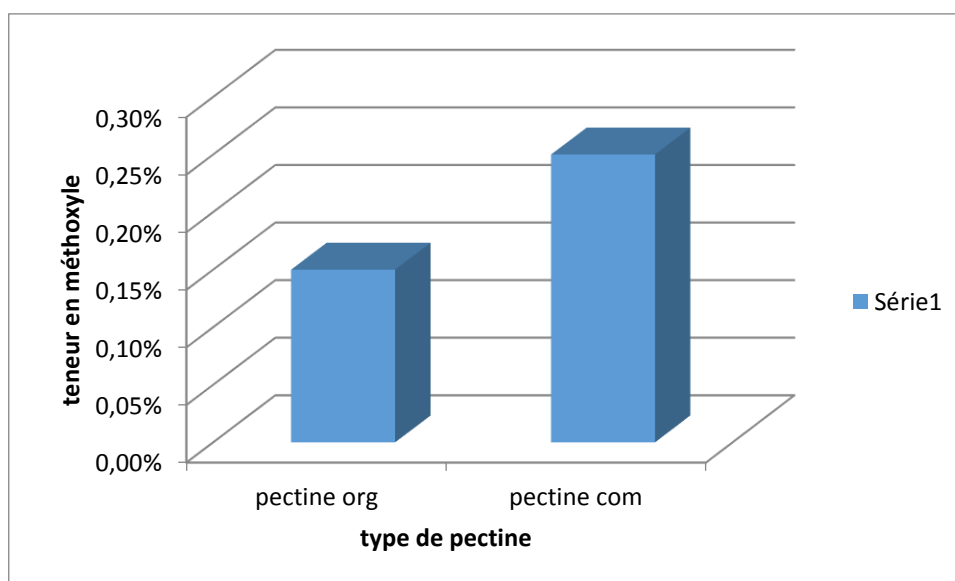


Figure 26. Teneur en Méthoxyle de pectine d'Orange et la pectine commerciale

La teneur en méthoxyle de la pectine d'écorce d'orange 0.15% est inférieure à la pectine commerciale 0.25%

Ces pectines faiblement méthylées sont souvent utilisées en industrie agroalimentaire comme agent gélifiant dans les produits à faible concentration en sucre comme les gelées et confitures ou confiseries à faibles calories (**Tang et al. 2011**). Ainsi, comme gélifiant, épaississant et stabilisant, Elle peut également être utilisée comme substitut de graisse dans les produits de boulangerie et pour stabiliser les boissons protéinées acides telles que le yaourt à boire (**Marconeta. 2005**)

La teneur en méthoxyle est un facteur très important pour contrôler le temps et la capacité de formation des gels de pectine (**Constella et Lozano, 2003**).

II.2.5. Teneur en acide galacturonique

L'estimation de pourcentage de l'acide galacturonique est calculée à base de poids équivalent et le taux de méthoxyle. La figure représente les résultats obtenus :

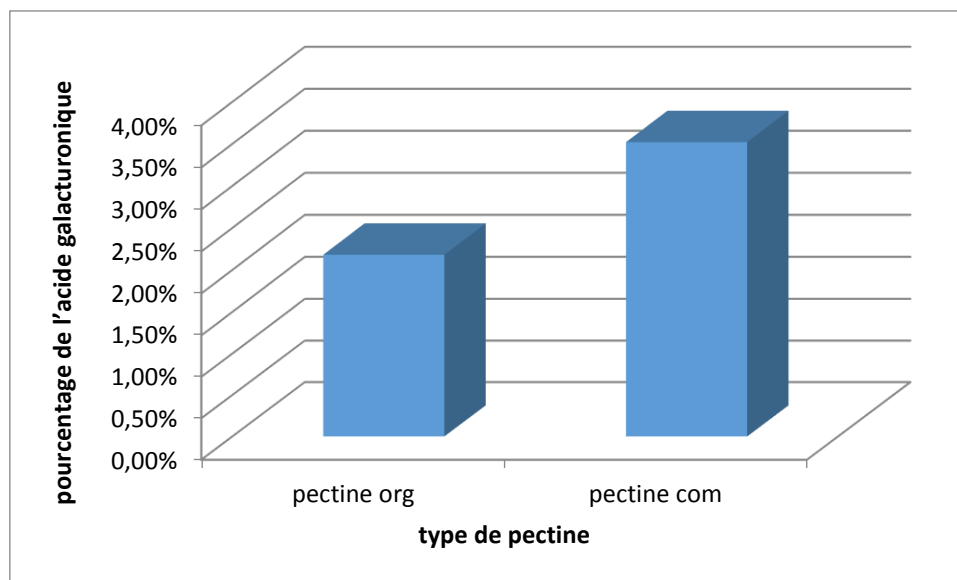


Figure 27. Teneur en acide galacturonique de pectine d'orange et la pectine commerciale

Le pourcentage de l'acide galacturonique (AG) pectine. Il est recommandé qu'il doit être supérieur à 65% (Food Chemicals Codex, 1996).

L'acide galacturonique qui permet d'indiquer le degré de la pureté de la pectine montre que la pectine extraite d'écorce d'orange objet de l'étude présente des teneurs de 2,18% inférieure que la pectine commerciale 3,52%. Selon ces résultats, il s'avère que la pureté de la pectine extraite des écorces d'orange et inférieure la pectine commerciale est inférieure à 65%. Ces résultats indiquent que cette pectine n'est pas pure. Les mêmes résultats ont été trouvés par **(Ismail et al. 2012)**.

Cette différence entre la pectine de référence et nos pectines peut s'expliquer par les conditions d'extraction différentes

II.2.6. Degré D'estérification

Le degré d'estérification est déterminé par la méthode de titrage. C'est un paramètre très important pour connaître la nature des pectines (hautement ou faiblement méthylée) et par conséquent mettre en valeur ces différentes

caractéristiques telles que les conditions de gélification. Les résultats sont illustrés dans la figure :

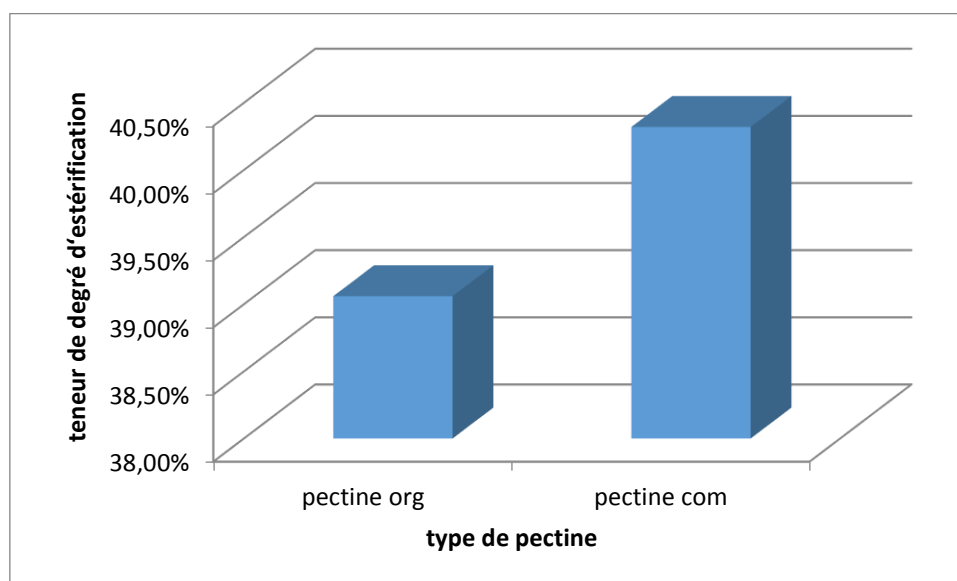


Figure 28.Degré d'estérification de la pectine d'orange et la pectine commerciale

Les valeurs de degrés d'estérifications de pectine commerciales sont presque identiques à la pectine extraite 39.06%% et 40.32% respectivement. La pectine d'orange extraite et la pectine commerciale peut être classée comme une pectine à faible degré de méthylation par ce que son $DE < 50\%$.

La détermination du degré d'estérification nous a permis de conclure que les pectines utilisées sont faiblement méthylée avec un degré d'estérification inférieure à 50% et qui est de l'ordre de 39.06% et 40.32%. Il est à noter que le DE est un paramètre d'intérêt qui influence fortement la solubilité des pectines et leur tendance de former un gel.

Ces pectines faiblement méthylées sont souvent utilisées en industrie agroalimentaire comme agent gélifiant dans les produits à faible concentration en sucre comme les gelées et confitures à faibles calories (**Tang et al. 2011**).

II.3. Dosage des sucres solubles

Le dosage de sucres solubles de pectine d'orange et la pectine commerciale est effectué selon la méthode de (Dubois et al. 1956) Le glucose est utilisé pour établir la courbe d'étalonnage. Les résultats sont présentés dans le graphe suivant (figure29)

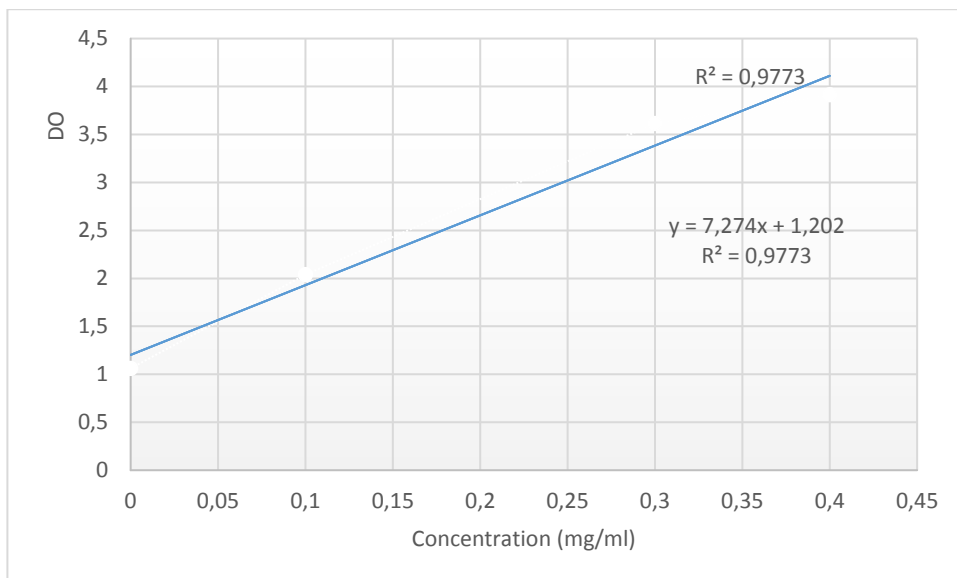


Figure 29. courbe d'étalonnage du glucose

En utilisant la courbe d'étalonnage et l'équation du graphe, nous avons calculé les concentrations des sucres solubles dans la pectine d'orange et la pectine commerciale. Les résultats sont présentés dans la figure suivante :

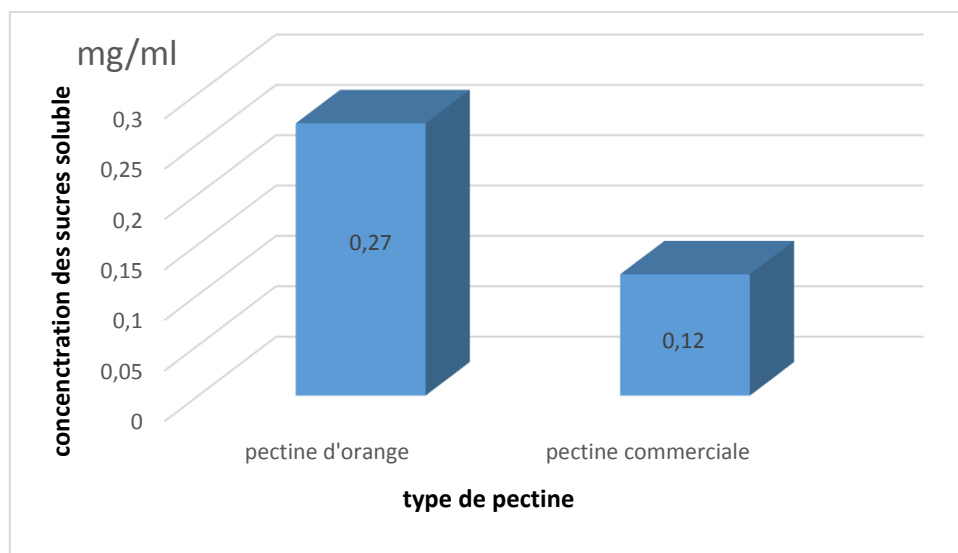


Figure 30.concentration de sucres solubles dans la pectine d'orange et la pectine commerciale

Les calculs des concentrations des sucres solubles montrent que la teneur en sucres dans la pectine d'orange est plus élevée (0.27 mg/ml) que la pectine commerciale (0.12 mg/ml)

Plusieurs études ont prouvé que les polysaccharides pariétaux, en particulier les pectines sont sujettes à des variations qualitatives et quantitatives en fonction des : variétés mises en jeu, de l'étape ou stade de maturité, de l'origine géographique et du stockage (**Liekagan et al.1990 ; Lie et al.2001; Senteret et al.1989 ; Verberic et Stampar, 2001 cités par Kurz et al. 2008**)

Ces changements majeurs se produisent durant la maturation des fruits, et impliquent souvent la solubilisation des pectines, et une perte en sucres neutres tels que le galactose et l'arabinose et la diminution de leur poids moléculaire (**Seymour et al. 1987,1990, 2002 ; Muda et al.1995 ; Seymour et al. 1993cités par Thang et al. 2007**)

Conclusion

Conclusion :

L'étude que nous avons menée a porté sur la valorisation des déchets des oranges. Procéder à l'extraction des pectines à partir d'écorces d'orange, est un processus en quatre étapes impliquant l'extraction, la précipitation, la séparation et séchage

Ce travail nous a permis, d'extraire, caractériser et comparais entre la pectine d'origine l'écorce d'orange de Thomson et la pectine commerciale à base de la pomme.

En utilisant deux méthodes d'extraction par un agent complexe et l'extraction par traitement acide, l'extraction qui est celle des agents complexant n'a pas donné de résultat

Avec une extraction par les solvants acides, le taux en pectine est de 12.5 % à 13% pour l'écorce de la Thomson.

En comparant la pectine extraite et la pectine commerciale, le taux d'humidité, poids équivalent et le taux de méthoxyde sont avérés plus élevé dans la pectine d'orange.

La pectine d'orange extraite peut être classée comme une pectine à faible degré deméthylation (pectine faiblement méthylée) puisque son degré d'estérification est inférieur à50%.

Ce qui concerne le dosage des sucres solubles, la concentration aussi est plus élevée dans la pectine d'orange

Au terme de cette étude, nous proposons que ce travail préliminaire soit suivi d'une étude approfondie sur la pectine de différentes types d'orange avec :

- Une enquête sur la valorisation de l'écorce de l'orange par les algériens dans leurs maisons.
- Évaluation de leurs caractéristiques techno-fonctionnelles.
- Applications des pectines dans les domaines agro-alimentaires comme des additifs naturels

On déduit que les déchets des agrumes sont valorisables.” Rien ne se jette tout se transformes”

Références Bibliographique

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

-**Akhtar, M., Dickinson, E., Mazoyer, J., Langendorff, V.** (2002). Emulsion stabilizing properties of depolymerized pectin. *Food Hydrocolloids*. 16, 249 – 256

-**Azad A. K. M., Ali M. A., Akter M. S., Rahman M. J., Ahmed M.,** (2014). Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening. *Journal of Food and Nutrition Sciences*,2(2): 30-35.

B

- **Baker, R. A. (1997)**. Reassessment of some fruit and vegetable pectin levels. *Journal of Food Science*, 62(2), 225-229.

- **Belaïde. M.M ; raaf. D. (1993)** Extraction et qualité des différents compartiments du fruit de trois types d'agrumes (citron, pomelo et orange). Thèse d'ingénieur en agronomie, INA, Alger, p46

- **Benchabane, A. (1984)**. Extraction et appréciation des substances pectiques à partir des résidus de fabrication des jus d'oranges et de pomelo (Doctoral dissertation, Université Abderrahmane Mira de Béjaïa)

-**BACIC A. (2006)**. Breaking an impasse in pectin biosynthesis. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 103(15), 5639-5647

- **(Bicul.MustataF.)**, (2011)"Cellulose extraction from orange peel using sulfite digestion reagents", *Bioresource Technol*, 102(21),10013-10019.

-**Brat P., Olle D., Reynes M., Alter P.,** (2002).Low pressure procedure for manufacture of pectin rich citrus extract.brevet n°WO2002013634

C

-**Constenla D., Lozano J. E.,** 2003.Kinetic model of pectin demethylation. *Latin American Applied Research*, 33:91-96.

-**Crandall, P.G., Braddock R.J. & Rouse A.H.,** (1978). Effect of drying on pectin made from lime and lemon pomace. *Journal of Food Science*, 43 (6) : 1680-1682

-**Combo A. M. M., Aguedo M., Paquot M. 2011** ; « Les oligosaccharides pectiques : production et applications possibles ». *Biotechnologie Agronomie Société et Environnement*, 15(1), pp.153–164

D

-**Donato L. (2004)**. Gélification et séparation de phase dans les mélanges protéines globulaires/pectines faiblement méthylées selon les conditions ioniques. Thèse de doctorat, France.

-DAVIES F.S., ALBRIGO L.G. (1994). Fruit quality, harvesting and postharvest technology. In Citrus. Production Science in Horticulture. CAB International

-Del Caro A., Piga A., Vacca V. et Agabbio M. 2004. Changes of flavonoids, vitamin C and antioxidant capacity in minimally processed citrus segments and juices during storage. Food Chemistry.84 : 99-105

-Duan L., Guo L., Liu E. H. & Li P. (2014). Characterization and classification of seven citrus herbs by liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry and genetic algorithm optimized support vector machines. J. chromatogr A. 1339:27-118.

F

-FISHMAN, M. L ; PEPPER, L ; DAMERT, W. C ; BAFORD, R. A (1986). Chemistry and function of pectins, , ACS symposium series 310, Washington.33p

-Food Chemical Codex. 1996. IV monographs. Washington DC: National Academy Press, pp : 283.

-Fishman M.L., Chau H.K., Hoagland P.D. & Hotchkiss A.T.(2006). Microwave-assisted extraction of lime pectin. Food Hydrocolloids, in press.

-FAO, 2011. FAOSTAT. Food and Agriculture Organization of the United Nations

G

-Gancel A. L., Ollittrauet P., Froelicher Y., Tomi F., Jacquemond C., Luro F. et

Brillou E et J.M. (2005). Leaf volatile compounds of six citrus somatic Allo tetraploid hybrids originating from various combinations of lime, lemon, citron, sweet orange and grapefruit. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 53, 2224-

2230.

H

Houaoura. ,2013. Etude comparative entre deux méthodes d'extraction de la pectine à partir de l'écorce de deux variétés d'orange (Thomson, Sanguine) Taouch Zineb. Mémoire 2017 Jijel

I

-Ismail N. S. M., Ramli N, Hani N. M., Meon Z., 2012. Extraction and Characterization of Pectin from Dragon Fruit (*Hylocereus polyrhizus*) using Various Extraction Conditions. Sains Malaysiana, 41(1): 41-45.

K

-Kim, W.J., Rao, V.N.M., Smit, C.J.B. (1978). Demethylation of pectin using acid and ammonia. Journal of Food Science. 43, 74 - 78.

-**Kimball D.A.** (1999). Citrus processing, a complete guide, second edition. Kimball D.A., Ed. Gaithersburg: An Aspen publication

-**Kar F. & Arslan N.**, (1999). Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity–molecular weight relationship. Carbohydrate Polymers, 40 (4) : 277–284.

- **Khan, M., Bibi, N., & Zeb, A.** (2015). Optimization of process conditions for pectin extraction from citrus peel. Science Technology and Development, 34(1), 9-15.

- **Kar, F., & Arslan, N.** (1999). Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity–molecular weight relationship. Carbohydrate polymers, 40(4), 277-28

L

- **Liu L., Fishman M. L., Kost J., Hicks K. B** (2003); «Pectin-based systems for colon-specific

drug delivery via oral route». Biomaterials, 24(19), pp. 3333-3343.

- **Lopes Da Silva J. A. & Rao M.A.** (2006). Pectin: structure, functionality, and uses. In food polysaccharides and their applications, Second Edition. Taylor & Francis Group, LLC, pp353-411.

-**(Liekagan et al., 1990)** 'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques Batna 2009

-**Lie et al., 2001** 'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques ; Batna 2009

M

-**Michel B.** (2002). Conservation par les sucres : confitures, gelées, fruits sur sucre. In : Technologies de transformation des fruits. Technique et documentation-Lavoisier (Ed). Paris, pp 421-425.

-**Mohnen, D.** (2008). Pectin structure and biosynthesis. Current Opinion in Plant Biology. 11, 266 - 277.

- **MORRIS G.A., FOSTER T.J. & HARDING S.E.** (2002). A hydrodynamic study of the depolymerisation of high methoxy pectin at elevated temperatures. Carbohydr. Polym. 48, 361-367

-**Morris, G.A., Foster, T.J. Harding, S.E.** (2002). A hydrodynamic study of the depolymerisation of a high methoxyl pectin at elevated temperature. Carbohydrate Polymers. 48, 361 - 367.

-**Mazoyer, J., Leroux, J., Bruneau, G.** (1999). Use of depolymerised citrus fruit and apple pectins as emulsifiers and emulsion stabilisers. SKW Biosystems. 5, 900 - 268.

-**Manner, H. I., Buker, R. S., Smith, V. E., Ward, D., & Elevitch, C. R.** (2006). Citrus -(citrus) and Fortunella (kumquat). Species profile for pacific island agroforestry, 2, 1-35.

-**Marcon M.V. et al,** 2005,—Pectins from apple pomace cell, *Ciência e Tecnologia*, 15(2), 127-129

- Mohamadzaheh J., Sadeghi-mahoonak A.R., Yaghbani M., Aalami M.**, 2010.Extraction of pectine from sunflower head residues of selected Iranian cultivars. *World Applied Sciences Journal*, 8 (1): 21-24.
- Muda et al.**,1995'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques ; Batna 2009
- Meziti.H.** ,(2019),,Biochimieappliquée,L3biochimie,UNIVERSITEdeSetif ,Biochimie appliquée-FSNV
- **Marie Carene Nancy Picot-Allain a, b, BrindaRamasawmy b, and Mohammad Naushad Emmambuxa.**, (2020,"Extraction, Characterisation, and Application of Pectin from Tropical and Sub-Tropical Fruits: A Review.",*Food Reviews International*), 8.
- Multon J.L.**, (1991). Techniques d'analyses et de contrôles dans les Industries AgroAlimentaires. Volume 4 : analyse des constituants alimentaires. Édition Lavoisier-Tech &Doc APRIA. Paris. 476p.
- Mesbahi G., Jamalian J. &Farahnaky A.**, 2005. A comparative study on function alproperties of beet and citrus pectins in food systems. *Food Hydrocolloids*, 19, 731-738.

N

- Nicolosi, E.** (2007). Origin and taxonomy. *Citrus genetics, breeding and biotechnology*.ED.UK.London. 19-43.
- Ngouemazong, E.D., Christiaens, S., Shpigelman, A., Loey, A.V., Hendrickx, M.** (2015). The emulsifying and emulsion - stabilizing properties of pectin: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 14, 705 - 718.

P

- Pranati S., Rishabha M** (2011).; «Sources of pectin, extraction and its applications in pharmaceutical industry– an overview». *Indian Journal of Natural Products and Resources*, 2(1), pp. 10-18.
- Pena L., Cervera M., Fagoga C., Romero J., Juarez J., Pina J.A. etNavarro L.** (2007). *Citrus. Biotechnology in Agriculture and Forestry* :35.
- Prasanna V., Prabha T.N., and Tharanatha R.N.**, (2007). Fruit Ripening Phenomena An Overview-. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47 : 1 –19.
- PROOT J.**, 2002. Les technologies propres appliquées aux industries agroalimentaires. Aris.T, Bourgogne, pp.12

R

- Renard C.**, "Les pectines dans la paroi végétale", Université Avignon. France,(2010).

_ **RIHANI N.**, (1991). Valeur alimentaire des sous-produits des agrumes en alimentation animale. Options méditerranéennes. Série séminaires, 16 :113-117.

S

-**SCHOLS H.A. & VORAGEN A.G.J.** (2002). The chemical structure of pectins. In: Pectins and their Manipulation. Blackwell Publishing Ltd, 1-29.

-**Sriamornsak P.** (2003); «Chemistry of Pectin and Its Pharmaceutical Uses, A Review», Silpakorn University International Journal, (2003), 3, pp. 206-228.

-**Sriamornsak P.** (2003). Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses,

-**SOUCI S. W., FACHMANN W. ET KRAUT H. 1994.** Fruits. In : « La composition des aliments ». 5ème édition. Ed. CRC Press. pp. 801-980

-**Saunt J.** (1990). Citrus varieties of the world : an illustrated guide. Saunt J., Ed. Sinclair International.

-**Senteret et al.**, 1989 'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques ; Batna 2009

-**Seymour et al.**, 1993 cités par **Thang et al.**, 2007) 'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques ; Batna 2009

T

-**Tang P. Y., Wong C. J., Woo K. K.**, (2011) "Optimization of pectin extraction from peel of dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*). ", *Asian Journal of Biological Sciences*, 4 (2):189- 195.

-**Thakur, B.R., Singh, R.K. Handa, A.K.** (1997). Chemistry and uses of pectin: a review. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 37 (1), 47 - 73.

-**Thibault, J.F., Ralet, M.C.** (2001). Pectins: Their origin, structure and functions. Dans: *Advanced Dietary Fibres*. Mc Cleary, B.V. and Prosky L., Eds. Oxford Blackwell Science, 32, 369 - 378.

-**Tilly G.** 2010. « Pectines ». *Techniques de l'ingénieur* 1-11

-**Thakur B.R., Singh R.K. & Handa A.K.**, 1997. Chemistry and uses of pectin: a review. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 37(1), 47-73.

V

-**VINCKEN J.P., SCHOLS H.A., OOMEN R.J.F.J., MC CANN M., ULUSKOV P., VORAGEN A.G.J. & VISSER R.G.F.** (2003). If homogalacturonan were a side chain of rhamnogalacturonan I .implications for cell wall architecture. *Plant Physiol.*, 132 (4), 1781-1789.

-**vanalebeek, g.j.w.m,scholsh.a&vorgena.g.j**_(2001).amedation of methyle sterified oligogalacturonides : examination of the reaction products using malditofms. carbohydrate polymers; 46(4) : 311-321

-**Verberic et Stampar**, 2001'Extraction et appréciation des pectines à partir d'écorce d'orange, de pulpe d'abricots et de pommes " Thèse de magistère en sciences agronomiques ; Batna 2009

-**VALIZADEH R., SOBHANIRAD S**, 2009.The Potential of Agro-Industrial By-Products as Feed Sources For Livestock in KhorassanRazavi Province of Iran. Journal of Animal and VeterinaryAdvances, Vol.8, n11, p.2375-2379.

W

-**Wang Y.-C., Chuang Y.-C. & Hsu H.-W.**, (2008). The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. Food Chemistry, 106 (1) : 277-284.

-**Walstra P.** (2003). Physical chemistry of foods. (Food science and technology; No. 121). Marcel Dekker.

Y

-**YAPO B.** (2007). Etude de la variabilité structurale des pectines. Thèse de doctorat .France

-**Yapo B.M., Wathelet B. &Paquot M.** (2007). Comparison of alcohol precipitation and membrane filtration effects on sugar beet pulp pectin chemical features and surface properties. Food Hydrocolloids, 21: 245-255.

Z

-**Ziad D., Mihir S., Roula M. A. M.** (2013); «Pectin shows antibacterial activity against Helicobacter pylori». Advances in Bioscience and Biotechnology, 4(2), pp. 273-277

Annexes

ANNEXES

Annexe1 :

Verrerie de laboratoire



Épiprouvette



Erlenmeyer



entonnoir



Papier filtre



spatule



pissette



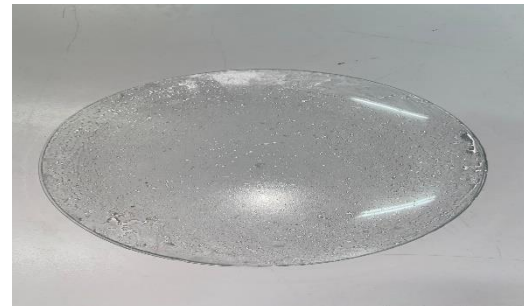
Becher



Tube à essai



Pipette



Verre a montre



Micro-pipette



Support du tube
à essai

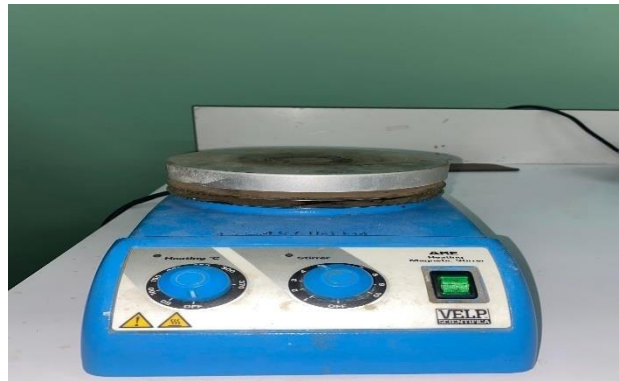


Boite pétrie en verre

Appareillages :



étuve



agitateur



Etuve



Four a moufle



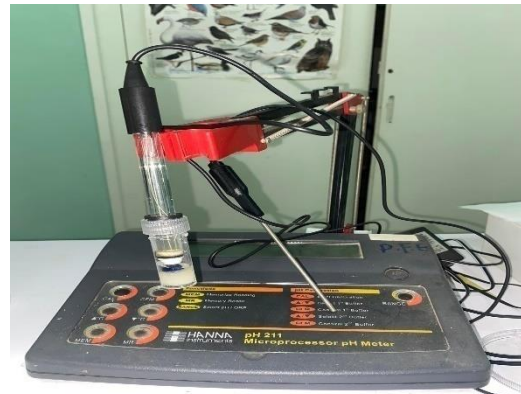
Bain marie



Balance



Spectrophotomètre



PH mètre

Produits chimiques utilisés :

- Acide chlorhydrique (HCl).
- Ethanol (C₂H₅O), de pureté 96%.
- Ethanol : d'une pureté de 66%
- Ethanol acidifié.
- OXALATE d'ammonium

- Hydroxyde de sodium (NaOH)
- Phénolphtaléine
- Rouge de phénol

Annexe 2 :

La préparation des solutions d'éthanol et HCl :

Solution éthanol 96 % et 66% :

- Ethanol 96% : a été préparé par dilution de l'éthanol 100% qu'il faut ajouter 6,5 ml éthanol dans 100 ml d'eau.
- Ethanol 66% : a été préparé par dilution de l'éthanol 100% qu'il faut ajouter 59,37 ml éthanol dans 100 ml d'eau.

Solution d'acide chlorhydrique (0,1 N) :

- La solution d'HCl (0,1 N) a été préparé à partir d'ajouter 8,28 ml d'Hcl puis verser 991,72 ml de l'h₂o

Annexe 3

Tableau : séchage de teneur de pectine d'Orange et la pectine commerciale

	Poids initiale (avant séchage)	Poids finale (après séchage)
Pectine commerciale (pomme)	1g	1g
Pectine d'orange	1g	0.9g

Tableau : séchage des 100g d'écorce d'Orange dans chaque essai

N Essai	mi(g)
01	71
02	71,6
03	73,2

Tableau : valeurs de cendre de pectine orange et la pectine commerciale

	Poids initial (avant séchage)	Poids finale (après séchage)
Pectine commerciale (pomme)	1g	0.88 g
Pectine d'orange	1.6g	1.58g