

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES  
DEPARTEMENT DE TECHNOLOGIE ALIMENTAIRE

*En vue de l'obtention du diplôme*

*De MASTER en GENIE DES PROCEDES*

*Option : Qualité et conservation des aliments*

**Thème :**

***Extraction des substances pectiques à partir des écorces d'orange et leurs applications comme texturant dans la boisson Hamoud Boualem***

Présenté par :

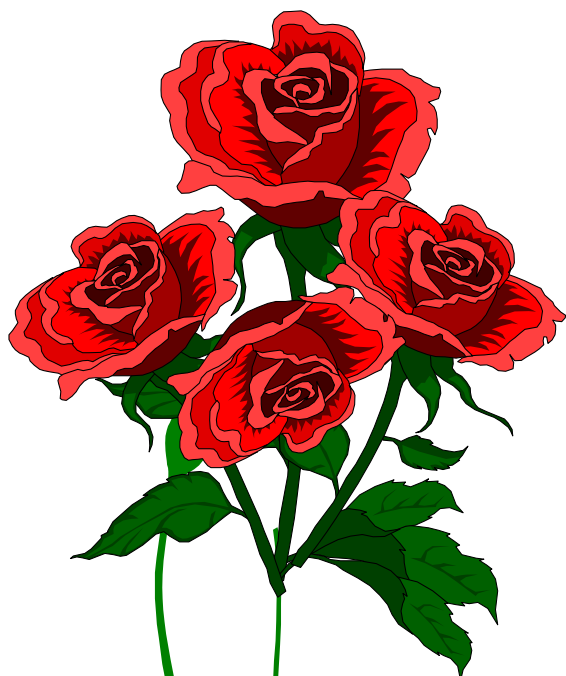
MEKLI KHALED

KEFIF YUCEF

Jury:

President.	M <sup>r</sup> . ZIDANI SOFIENE	(MCB)	UMBB
Promotrice.	M <sup>me</sup> . BENMALEK NABILA	(MAA)	UMBB
EXAMINATEUR	M <sup>r</sup> . BENCHAMA ABDELKADER	(MAA)	UMBB
	M <sup>me</sup> . HADERBACHE LATIFA	(MAA)	UMBB

Promotion 2017



# Remerciements

*Nous tenons tout d'abord à remercier **Dieu** qui nous a donné la force et la puissance d'accomplir ce modeste travail.*

*Nous tenons à remercier Madame **BENMALEK** en tant que notre promotrice s'est toujours montré notre écoute et très disponible tout au long de la conception de ce mémoire, ainsi que l'aide et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer, sans elle ce mémoire n'aurait jamais vu le jour*

*Un grand merci pour Monsieur **BENCHAMA** pour ses orientations, ses conseils et son aide précieuse ainsi nous remercions les membres de jury de bien vouloir examiner notre travail.*

*Aussi on remercie **M<sup>lle</sup> BOUIZERI, M<sup>lle</sup> MEDOUNI** et tout le personnel de Laboratoire de FSI de BOUMERDES pour leur encouragement.*

*Nous remercions également :*

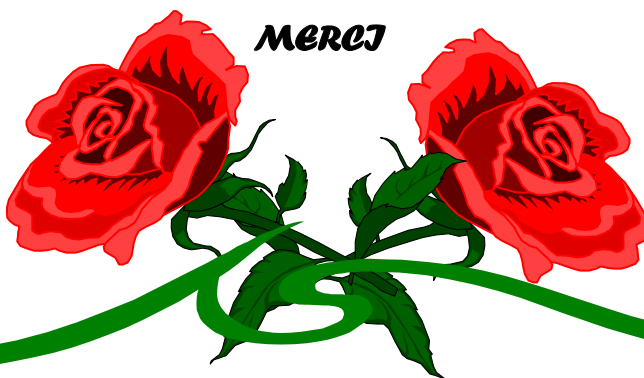
*Nos professeurs qui nous ont assuré une formation complète et noble.*

*Nos familles et tous nos amis qui nous ont encouragés et aidés durant nos études*

*Les personnes qui ont contribués de loin et de près à la réalisation de ce travail.*

**YOUSSEF ET KHALED**

**MERCI**





## *Dédicace*

*Avant tous, je tiens d'abord à remercier Allah qui m'a accordé la patience et la sérénité dans la réalisation de ce modeste travail.*

*Je dédie ce travail à ceux que j'ai de plus cher dans la vie :*

*Mon père (rabi yarahmou) qui nous a quittés*

*Ma mère qui s'est donné beaucoup pour que j'aie une bonne éducation.*

*Mes frères : Fateh, Ahmed et Abdou*

*Mes sœurs : Souhila, Ratiba, Rachida et Ouarda*

*Ma femme : Anfel*

*A toute la famille **KEFIF**.*

*De plus, à mes amies proches Imad, Abdou, Moussaab et imad.*

*Mes amies Said, Mahdi, Amine et Housseem*

*Sans oublier l'ensemble des collègues de la section de qualité et conservation des aliments MQCA 15, pour leurs liens emprunts d'amitié et de travail sérieux et ce, tout au long de l'année.*

**KEFIF YOUCEF**





## Dédicace

*je dédie ce modeste mémoire, en premier lieu à mes très chers parents, aucun mot, aucune dédicace ne peut exprimer ma considération et l'amour éternel et pour les sacrifices que vous avez consentis pour mon instruction et mon bien être*

*A mon cher frère Riadh , mes chers sœurs Leïla, Hanene , Kahina et a ma cher Manel , à mes chers amis Nacer , l'hadî, Massî, Djamel , Kamel , Nabil .*

*A toute la famille Mekli et Alouache, tentes et oncles.*

MEKLI Khaled



## Résumé

Les écorces d'oranges de la variété Thomson (*Citrus sinensis*) ont été l'objet de valorisation de leurs substances pectiques. Ces dernières ont été extraites dans un milieu acide et chaud sous agitation mécanique.

Les substances pectiques obtenues se caractérisaient par une masse moléculaire moyenne ( $M_v$ ) de l'ordre de 30033,88 Da, et 69,21% d'acide galacturonique et d'une humidité proche de 10%, la teneur en oses neutres est faible.

L'analyse infrarouge de la pectine broyée a montré une similarité de son spectre IR avec celui de la pectine commerciale, entre  $1950\text{ cm}^{-1}$  et  $1200\text{ cm}^{-1}$ . Des pics d'absorption caractéristiques des groupements méthyles sont apparus entre  $1740$  et  $1748\text{ cm}^{-1}$  et ceux caractéristiques des groupements carboxyliques sont apparus à  $1620$  et  $1630\text{ cm}^{-1}$ .

La pectine obtenue a été utilisée comme texturant dans la boisson HAMOUD BOUALEM. Les caractéristiques viscosimétriques et rhéologiques de la boisson ont été déterminées.

**Mots clés : valorisation, écorces d'orange, substances pectiques, caractérisation.**

## Summary

The orange barks of the variety Thomson (*Citrus sinensis*) were the valorization object of their pectic substances. These last were extracted in an acid medium and heat under mechanical agitation.

The pectic substances obtained were characterized by an average molecular mass ( $M_v$ ) about 30033.88 Da, 69.21% of galacturonic acid, moisture close to 10%, and have a weak content of neutral oses.

Infra-red analysis of the pectin crushed with shown a similarity of spectrum IR with that of commercial pectin, between  $1950\text{ cm}^{-1}$  and  $1200\text{ cm}^{-1}$ . Peaks of absorption characteristic of the groupings methyls appeared between  $1740$  and  $1748\text{ cm}^{-1}$  and those characteristic of the carboxylic groupings appeared at  $1620$  and  $1630\text{ cm}^{-1}$ .

The pectin obtained has used as texturing in drink HAMOUD BOUALEM. The viscosimetric and rheological characteristics of drink were given.

**Keywords: valorization, orange peels, substances pectic, characterization.**

## ملخص

كان الهدف من العمل على قشور البرتقال هو تقييم مادة البكتين المتواجدة فيها و التي تم استخلاصها في وسط حامضي مع درجة حرارة مرتفعة اضافة الى التحريك الميكانيكي.

تميزت مادة البكتين التي تم استخلاصها بالكتلة الجزيئية المتوسطة  $Mv=30033,88 Da$  ، نسبة 69.21 % من حمض الغلاكتورونيك ، نسبة رطوبة قريبة من 10 % و نسبة السكريات الأحادية كانت ضئيلة جدا.

اظهر التحليل بالأشعة تحت الحمراء لمادة البكتين المسحوق الى وجود تشابه بينها و بين طيف الأشعة الحمراء لمادة البكتين التجارية في الترددات التي تتراوح بين 1950 سم<sup>-1</sup> و 1200 سم<sup>-1</sup> .

ظهرت قمم الامتصاص المميزة لمجموعات الميثيل بين 1740 و 1748 سم<sup>-1</sup> ، وظهرت ايضا لمجموعات الكربوكسليك في 1620 و 1630 سم<sup>-1</sup> .

تم استخدام مادة البكتين المستخلصة كتركيب في مشروب حمود بوعلام . وقد تم تحديد خصائص المشروب الناتج.

الكلمات الرئيسية: تقييم ، قشور البرتقال ، مادة البكتين ، التوصيف.

# SOMMAIRE

## Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
------------------------------------	---

### **PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### **Chapitre I : les co-produits industriels de transformation des agrumes**

1. Généralité sur les transformations industrielles des fruits .....	3
2. L'industrie des boissons.....	4
2. Technologie de production de jus d'agrumes.....	4
4. Récupération des sous-produits des agrumes.....	8
5. Composition des écorces d'oranges.....	8
6. Valorisation des agropolymères.....	9

#### **Chapitre II : Généralité sur les substances pectiques**

1. Historique des substances pectiques.....	12
2. Définition des pectines .....	12
3. Structure chimique des substances pectique .....	13
4. Propriétés physicochimiques des substance pectiques .....	15
5. Extraction de la pectique.....	20
6. Application de la pectine dans la nutrition et dans l'industrie alimentaire .....	21

## **PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE**

### **Chapitre I : matriel et méthodes**

1. Préparation de la matière première .....	22
2. Extraction des substances pectique .....	23
3. Caractérisation des substances pectiques.....	27
4. Application de la pectine obtenu comme texturant dans la boisson.....	34

### **Chapitre II : Résultats et discussions**

1. Aspect des ecorces d'orange préparées.....	35
2. Rendement d'extracion pectique.....	37
3. Caractéristiques de la pictine obtenue.....	38
4. Caractéristiques physiqochimique de la boisson supplémentée de pectine.....	46
5. Aspect réologique de la boisson obtenue.....	46

<b>Conclusion</b> .....	49
-------------------------	----

# Liste des figures

---

## Liste des figures

Figure 1 : Produit de transformation des fruits.....	3
Figure 2 : Extraction de jus Brown.....	5
Figure 3 : Principe de l'extracteur FMC.....	6
Figure 4 : Etapes technologiques de fabrication de jus à base de concentré.....	7
Figure 5 : Coupe horizontale d'une orange.....	8
Figure 6 : Etapes d'obtention des pellets.....	10
Figure 7 : Etapes d'obtention des pectines à partir des pellets.....	11
Figure 8 : Représentation schématique de la paroi de cellules du sclérenchyme.....	12
Figure 9 : Structure de la molécule de pectine.....	13
Figure 10 : Substitution de l'acide Galacturonique.....	13
Figure 11 : Structure type du squelette des substances pectiques.....	14
Figure 12 : Structure d'un Rhamnogalacturonane I.....	14
Figure 13 : Structure primaire du Rhamnogalacturonane II avec quatre chaînes latérales de structure différente (A-D).....	15
Figure 14 : Gélification des pectines LM.....	16
Figure 15 : Acide Galacturonique acétylé en position O <sub>2</sub> .....	19
Figure 16 : Structure chimique représentative de pectine montrant la répétition typique des groupes.....	20
Figure 17 : Lavage, nettoyage et découpage des écorces.....	22
Figure 18 : Blanchiment des écorces.....	23
Figure 19 : Diagramme d'extraction des substances pectiques	
Figure 20 : Solubilisation.....	24
Figure 21 : Le jus pectique obtenu après la filtration.....	26
Figure 22 : L'installation de filtration.....	26
Figure 23 : Filtration après concentration.....	26
Figure 24 : Le rota vapeur utilisé pour la concentration.....	26

## Liste des figures

---

Figure 25 : Ecorces d'orange.....	36
Figure 26 : Ecorces d'oranges après broyage.....	36
Figure 27 : Pectine extraite avant séchage.....	37
Figure 28 : Pectine après séchage.....	37
Figure 29 : Coagulum après précipitation a l'éthanol.....	38
Figure 30 : Courbe d'étalonnage de l'acide Galactorunique.....	40
Figure 31 : Courbe d'étalonnage de Mannose.....	41
Figure 32 : Courbe d'étalonnage de Xylose.....	41
Figure 33 : Variation de la viscosité spécifique en fonction de la concentration des Pectines.....	42
Figure 34 : Spectroscopie infrarouge de différentes pectines extraites.....	44
Figure 35 : la Spectroscopie infrarouge des deux pectines extraites.....	44
Figure 36 : les pics de la pectine extraite dans le milieu non acidulé.....	45
Figure 37 : les pics de la pectine extraite dans un milieu acidulé.....	45
Figure 38 : la courbe de la contrainte en fonction du temps de cisaillement de la boisson.....	47
Figure 39 : Variation de la viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement de la boisson.....	48

### Liste des tableaux

Tableau 1 : Différentes quantités de la pectine ajoutées aux échantillons.....	34
Tableau 2 : Teneurs en pectine de quelques tissus de fruit (Prasanna et <i>al</i> , 2007).....	38
Tableau 3 : Caractéristique physicochimiques de la pectine extraite.....	39
Tableau 4 : Viscosités en fonction de la concentration.....	42
Tableau 5 : Les caractéristiques de la boisson.....	46

### Liste des abréviations

**Ara** : Arabinose

**Araf** : Arabinofuranose

**AG** : Acide Galacturonique

**CMC** : CarboxyMéthylCellulose

**DM** : Degré de Méthylation

**DE** : Degré d'Estérification

**DA** : Degré d'Amidation

**Fuc** : Fructose

**Gal**: Galactose

**H%** : Humidité

**IR** : Spectre Infrarouge

**LM** : Faiblement méthylé

**OMe** : Méthylation

**OAc** : Acétylation

**PM** : Poids moléculaire

**RG** : Rhamnogalacturonanes

**RG-I**: Rhamnogalacturonanes I

**RG-II**: Rhamnogalacturonanes II

**Rha**: Rhamnose

# INTRODUCTION

### Introduction

Avec le développement des agro-industries, on a l'impression que le volume des résidus et des déchets augmente plus vite que celui de la production de vivres et d'autres produits agricoles (déclaration de Mr EDOUARD SAOUMA, directeur général de la FAO). Les déchets constitués par les fruits rejetés au triage et surtout les écorces forment une masse considérable puisqu'elle représente en gros, les deux tiers du tonnage des fruits à l'arrivée ; c'est donc par milliers de tonnes que ces déchets sortent des ateliers d'extraction des jus ou de pulpe. Chaque année en Afrique du Nord plusieurs milliers de tonnes de déchets d'agrumes sont déversés à la mer, dans les cours ou laissés pourrir au soleil; ainsi l'accumulation de produits putrescibles, constitue un danger pour la région. L'Algérie possède maintenant **25.000** hectares de plantations d'agrumes dont **10.000** ne sont pas encore entrés en production ; cette source de matière première est négligée pour cause de non-valorisation de ces déchets et manque de moyens.

La pectine est le principe gélatineux des végétaux. Elle est abondante dans les végétaux mais principalement extraite, à l'échelle industrielle, des marc de pommes et des écorces de citrus. Des auteurs tels que **Kar et Arslan (1999)** et **Yapo et al., (2007)** citent la pulpe de betterave comme source potentiellement importante de pectine. Pour **Schieber et al., (2003)**, la production de pectine est la voie la plus raisonnable d'utilisation des sous produits de l'industrie des jus d'agrumes, d'un point de vue économique mais également écologique. La pectine est utilisée dans de nombreuses préparations alimentaires en tant qu'agent gélifiant dans les confitures et gelées, comme épaississant et émulsifiant dans les produits lactés. La pectine est aussi utilisée en pharmacie et dans les produits cosmétiques pour ses capacités gélifiantes **Pagan et al., (2001)**. Les pectines ont également fait l'objet d'une attention particulière de la part des nutritionnistes. Elles sont en effet utilisées comme des fibres alimentaires et exercent des effets physiologiques sur le tractus intestinal en réduisant le temps du transit et l'absorption du glucose **Olano-Martin et al., (2002)**. Aujourd'hui, la consommation journalière de pectines dans un régime alimentaire occidental se situe entre 4 et 5 g. Quant à la consommation annuelle mondiale de pectine extraite industriellement, elle est estimée à 45 millions de kg **Willats et al., (2006)**. Différents procédés de transformation des pectines ont été mis au point pour augmenter leurs potentialités en tant que molécules bioactives. À l'heure actuelle, un domaine relativement nouveau de la recherche se concentre sur les propriétés fonctionnelles des oligosaccharides. L'intérêt

majeur de ces nouveaux oligosaccharides réside dans leur diversité de structure qui offre un large spectre de propriétés et d'applications.

Le présent travail consiste à l'extraction des pectines à partir des écorces d'oranges et leurs utilisations dans l'industrie des boissons, par conséquent ce travail a triples objectifs :

- Objectif commercial : valorisation des déchets d'agrumes.
- Objectifs économique : récupération des substances a valeur ajoutée
- Objectif nutritionnel : utilisation de la pectine comme texturant à la place des autres gommes.

Etude  
bibliographique

# CHAPITRE I

## Les sous produit industriels de transformation des agrumes

1. Généralités sur les transformations industrielles des fruits.

L'ensemble des étapes de transformation des fruits, sous forme de purée, de jus, de nectars ou de confiture, génèrent un certain nombre de produits appelés « Sous-produits » ou « Co-produits ». (Figure1) Dans le cadre de la transformation des fruits, les « déchets » représentent les fruits rejetés lors de l'étape de sélection des fruits, en début de chaîne de transformation. À l'opposé de la chaîne, les « sous-produits » sont obtenus lors des différentes étapes de transformation (peaux, graines, huiles essentielles, dans le cas des agrumes): ils représentent une valeur ajoutée incontournable dans le coût de revient global d'un produit fini. (Brat et Cuq; 2007)

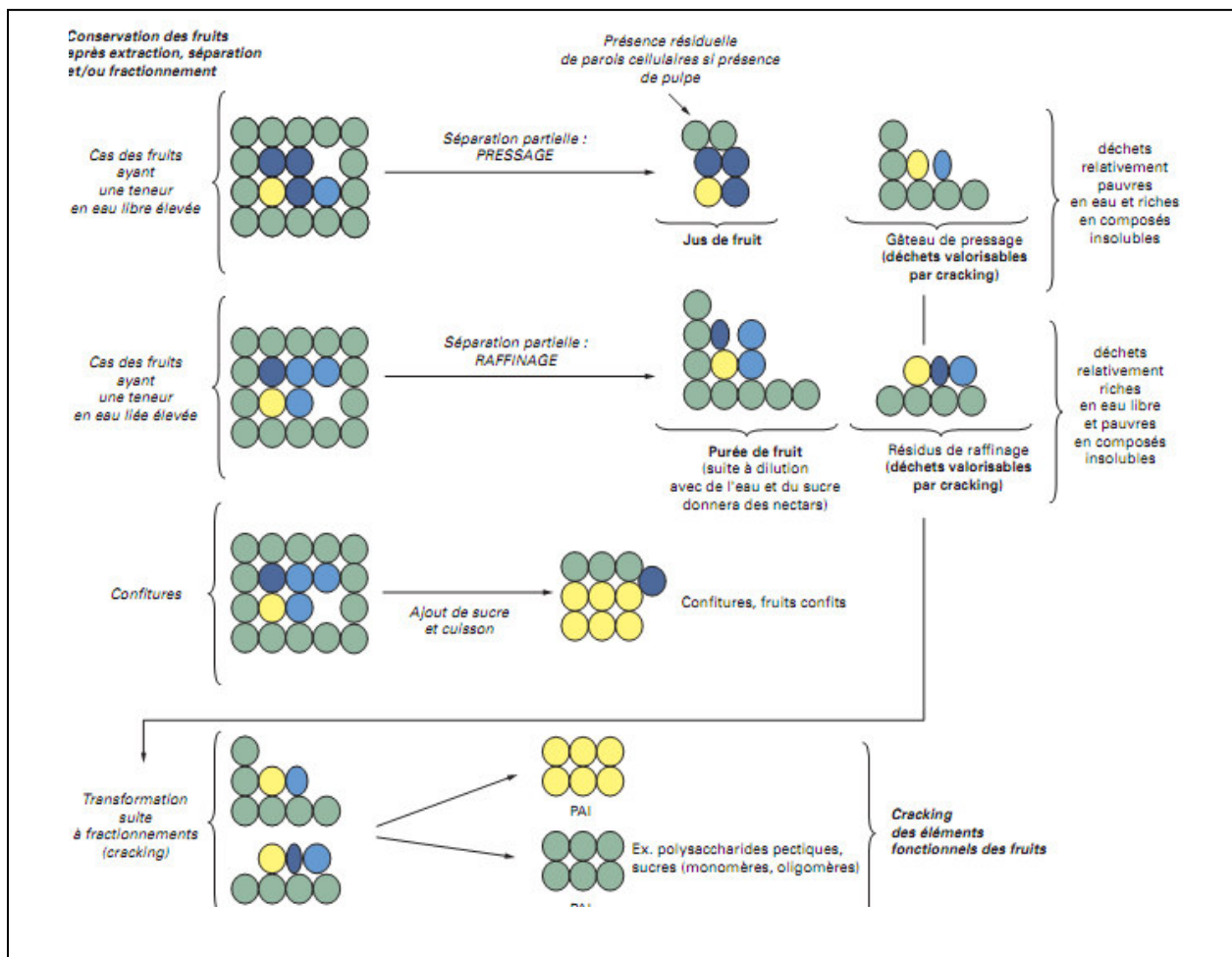


Figure 1: Produits de transformation des fruits. (Brat et Cuq; 2007)

## 2. L'industrie des boissons

d'après la législation européenne Le jus est le produit fermentescible mais non fermenté, obtenu à partir de **fruits sains et murs** ( par pressage et non par raffinage), frais ou conservés par le froid, d'une espèce ou de plusieurs espèces en mélange, possédant la couleur, l'arôme et le goût caractéristiques du jus des fruits dont il provient. Les arômes des fruits, les pulpes et les cellules provenant du jus et séparés pendant la transformation peuvent être restitués.

Dans le cas des agrumes, le jus de fruits doit provenir de l'endocarpe. Toutefois, le jus de limettes peut être obtenu à partir du fruit entier, conformément aux bonnes pratiques de fabrication qui doivent permettre de réduire, au maximum, la présence dans le jus de constituants des parties extérieures du fruit.

Lorsque la proportion d'eau libre dans un fruit est suffisante celui-ci peut être directement pressé afin d'obtenir un jus. Outre les étapes traditionnelles de lavage, calibrage, triage et râpage différents prétraitements peuvent être conduits préalablement au pressage, selon le type de fruit et leur maturité. Les fruits durs, type pommes ou poires sont en général réduits en cassette avant pressage.

Une fois le jus obtenu, celui-ci est soumis, suivant le type de fruit, à différentes étapes de traitement enzymatique avant d'être concentré ou pasteurisé en l'état. (Brat et Cuq; 2007).

### Les deux grands types de jus

Conformément à la législation européenne, il existe 2 types de jus :

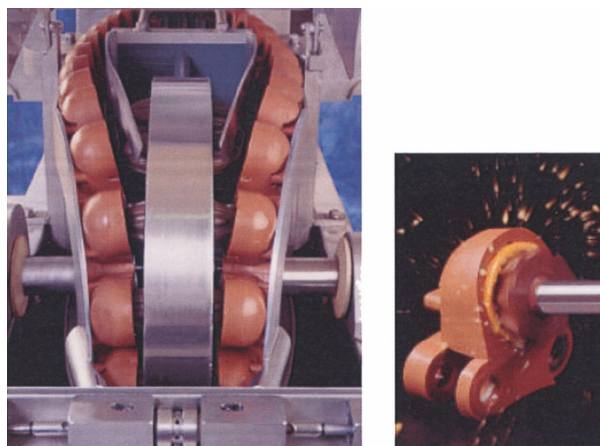
- les « **purs jus** » obtenus par simple pression des fruits, sans adjonctions d'aucune sorte (sucre, additifs) ;
- les « **jus à base de concentrés (ABC)** » élaborés à partir de jus concentrés. Les produits sont reconstitués en réincorporant au jus de fruits concentré la même quantité d'eau que celle extraite lors de la concentration. Cette concentration a pour but de faciliter le stockage et le transport. Les jus à base des concentrés sont principalement les jus d'agrumes. (Brat et Cuq; 2007).

### 3. Technologie de production de jus d'agrumes

La popularité du jus d'orange est certainement due à son goût agréable et rafraîchissant, et au fait que les consommateurs savent qu'ils retirent les bénéfices nutritionnels de la vitamine C, de l'acide folique et des fibres alimentaires en une seule fois. **(Teiko Johnson;2001)**

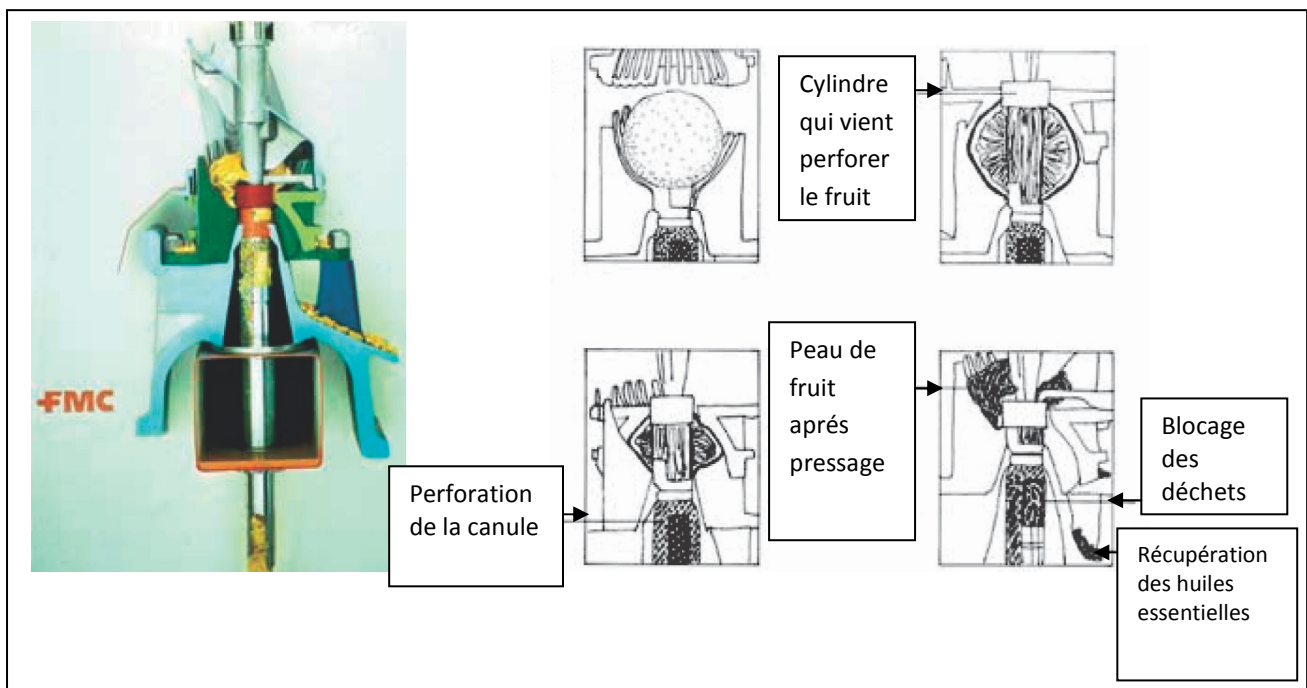
Les jus d'agrumes, conformément à la législation européenne, ne peuvent être obtenus qu'à partir des sacs à jus, le « flavédo » (zone externe contenant les glandes à huiles essentielles) et l'« albédo » (zone blanchâtre sous le flavédo, riche en pectines et en composés amérisants) ne devant pas être incorporés. Suite à ces restrictions, un agrume ne peut, en aucun cas, être directement broyé puis pressé afin d'obtenir un jus, le produit résultant présentant, dans tous les cas, des défauts organoleptiques majeurs (sensation de « chaleur en bouche » due à la teneur importante en huiles essentielles et amertume très marquée due à la forte teneur en composés amérisants dans l'albédo). Deux techniques principales d'extraction des jus sont actuellement disponibles sur le marché industriel. **(Brat et Cuq; 2007).**

- La première technique consiste à couper l'agrumes en deux parties égales, puis à l'aide d'une fraiseuse en forme de demi-cône, d'extraire le jus se situant dans les sacs à jus **(figure2)**.



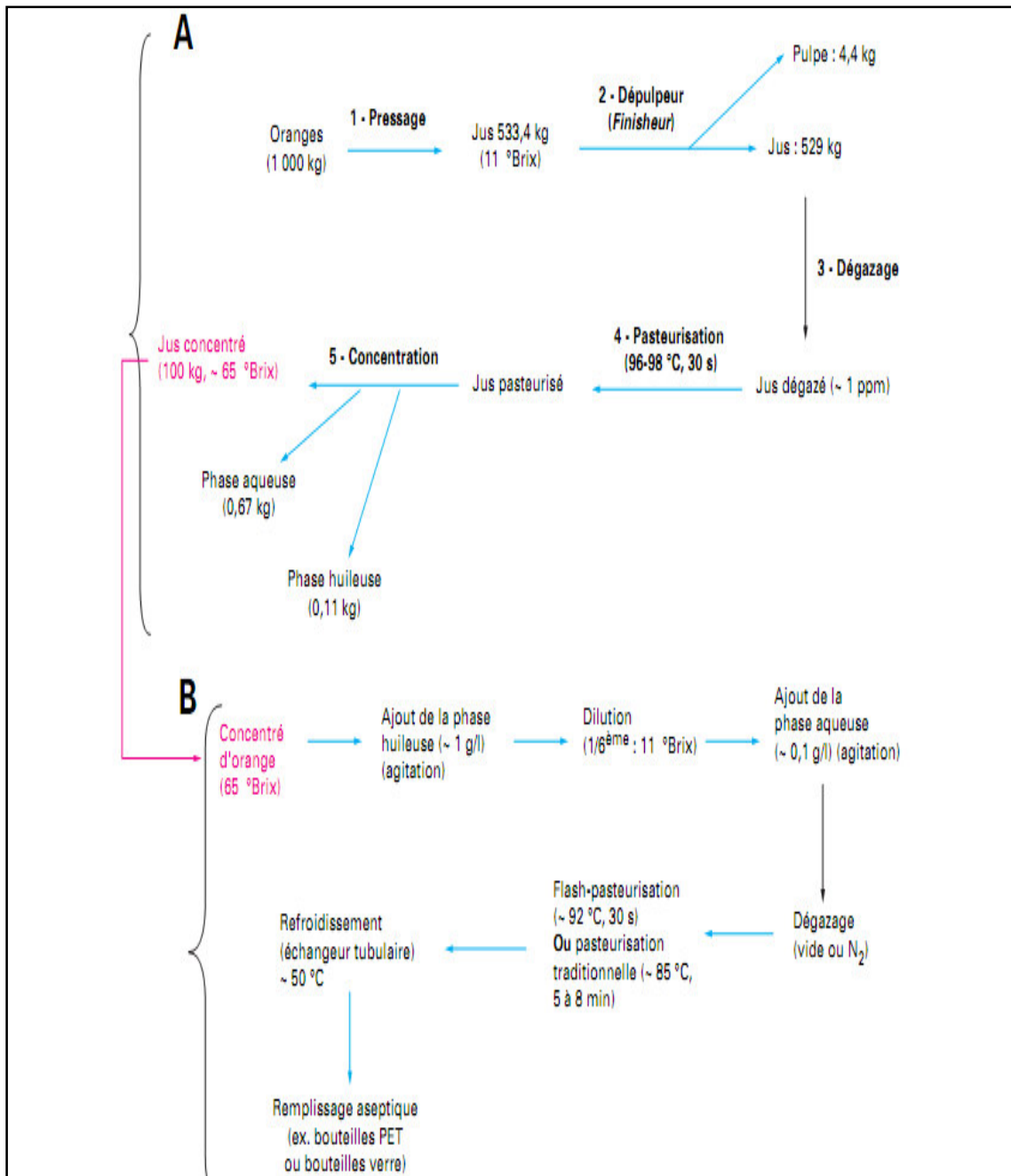
**Figure2:** Extraction de jus Brown. **(Brat et Cuq; 2007).**

- Le deuxième procédé, représentant environ 55 à 60 % de la production mondiale de jus d'orange, est le **système FMC**. Dans ce cas là, les fruits sont pressés entiers entre deux demi-coupelles (**figure 3**). Simultanément un cylindre (à l'intérieur duquel se trouve une canule munie de trous de diamètres variables) vient perforer le fruit. Suite à la pression créée, à l'intérieur du fruit, le jus vient naturellement à l'intérieur du piston d'où il s'écoule à travers la canule. Enfin, au cours du pressage les fruits sont arrosés par un jet d'eau (brumisation intense) permettant de récupérer simultanément les huiles essentielles contenues dans le flavédo. Ces huiles ne sont, en aucun cas, mélangées au jus qui reste piégé à l'intérieur du cylindre. (**Brat et Cuq; 2007**).



**Figure3** : Principe de l'extracteur FMC. (**Brat et Cuq; 2007**).

Après pressage des oranges, le jus obtenu subit d'autres opérations comme le dépulpage, dégazage, pasteurisation et concentration et qui sont résumées dans la (**figure 4**).



**Figure 4 :** Étapes technologiques d’obtention d’un jus d’orange à base de concentré (A : obtention du concentré, B : redilution du concentré). (Brat et Cuq; 2007).

#### 4. Récupération des sous-produits de l'industrie de transformation des agrumes

Dans les différentes opérations technologiques de production des jus, s'accumule une importante quantité des sous produits dont l'utilisation rationnelle a permis d'obtenir des produits de valeurs aussi bien alimentaires que non alimentaires. Cette valorisation se répercute positivement sur la rentabilité de l'entreprise.

Les sous-produits des agrumes les plus communs sont les huiles d'écorce, les arômes et les huiles essentielles, les cellules de pulpe congelées et les boulettes pour l'alimentation du bétail. La récupération des parties solides solubles à partir de la pulpe, communément appelé liqueur de pulpe, pourrait être une source de solides juteux pour la production de boissons à base de jus, et pourrait être un des meilleurs choix lorsque les prix des jus sont élevés. **(Teiko Johnson;2001)**

##### 4.1. Composition des écorces d'oranges.

La coupe horizontale des oranges (**Figure5**) montre que les écorces d'oranges se constituent de deux parties:

- ✓ **Albédo** : c'est la partie blanche des écorces. elle est composée des fibres comme, pectine, cellulose, hémicellulose et lignine.
- ✓ **Flavédo** : c'est la partie extérieure des agrumes ( la partie orange de l'orange). Elle est composée de Substances aromatiques, Pigments (caroténoïdes) et Flavonoïdes (hespéridine, naringine, sinensetin, ...)



**Figure 5** : Coupe horizontale d'une orange. **(Ghanem et al.,2010)**

#### 4.2. Valorisation des agro polymères (Pectine).

La pectine est obtenue à partir de résidus sous forme de poudre ou de concentré.

Lors de l'extraction des jus d'agrumes les peaux (flavedo et albedo) représentent **30% à 50 %** de la masse totale du fruit en fonction tu type d'agrumes transformé, suite à l'extraction du jus deux sous produits sont alors récupérés: les huiles essentielles extraites par grattage ou pressage du flavédo et l'albedo zone particulièrement riche en pectine. **(Brat et Cuq; 2007)**. Préalablement l'obtention de « pellets », c'est-à-dire de petits fragments d'albedo séchés. Comme présenté **(figure 6)**, l'obtention des « pellets » requiert un grand nombre d'étapes et, surtout, beaucoup d'énergie thermique, le séchage étant indispensable à l'obtention des « pellets ».

Les pellets sont principalement utilisés pour l'alimentation du bétail. Ce produit est, en général, fabriqué directement sur les sites d'extraction des jus, tandis que l'extraction des pectines, à partir de pellets séchés, est plutôt réalisée sur les sites d'utilisation des pectines. **(Brat et Cuq; 2007)**.

Comme présenté **(figure 6)**, l'addition d'oxyde de calcium, qui au contact avec l'eau s'hydrate sous forme d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) au cours d'une réaction exothermique, est une pré-étape indispensable à la déshydratation du matériel humide. Au final, le rendement en pellets à **10 %** d'eau est légèrement inférieur à **10 %** du poids initial d'orange entière. Cette valeur est, bien sûr, dépendante du type d'agrumes transformé. **(Brat et Cuq; 2007)**.

L'extraction des pectines, à partir des pellets, est basée sur la propriété des pectines à précipiter dans l'alcool (isopropylique dans l'industrie) à **80%**. Cette étape nécessite donc, outre les étapes de broyage et d'extraction, une étape de séchage afin de limiter, le plus possible, les quantités d'alcool utilisées. La **(figure7)** présente les principales étapes technologiques d'extraction des pectines. L'extraction est couramment opérée avec de l'acide nitrique à chaud, l'acidification du milieu permettant une meilleure solubilisation des pectines (l'acide chlorhydrique attaque l'acier inoxydable, couramment utilisé en agro-alimentaire, et n'est donc pas utilisé). Après extraction, précipitation et purification, le rendement en pectines séchées est

d'environ 25% à 30 % de la masse initiale de pellets séchés. (Brat et Cuq; 2007).

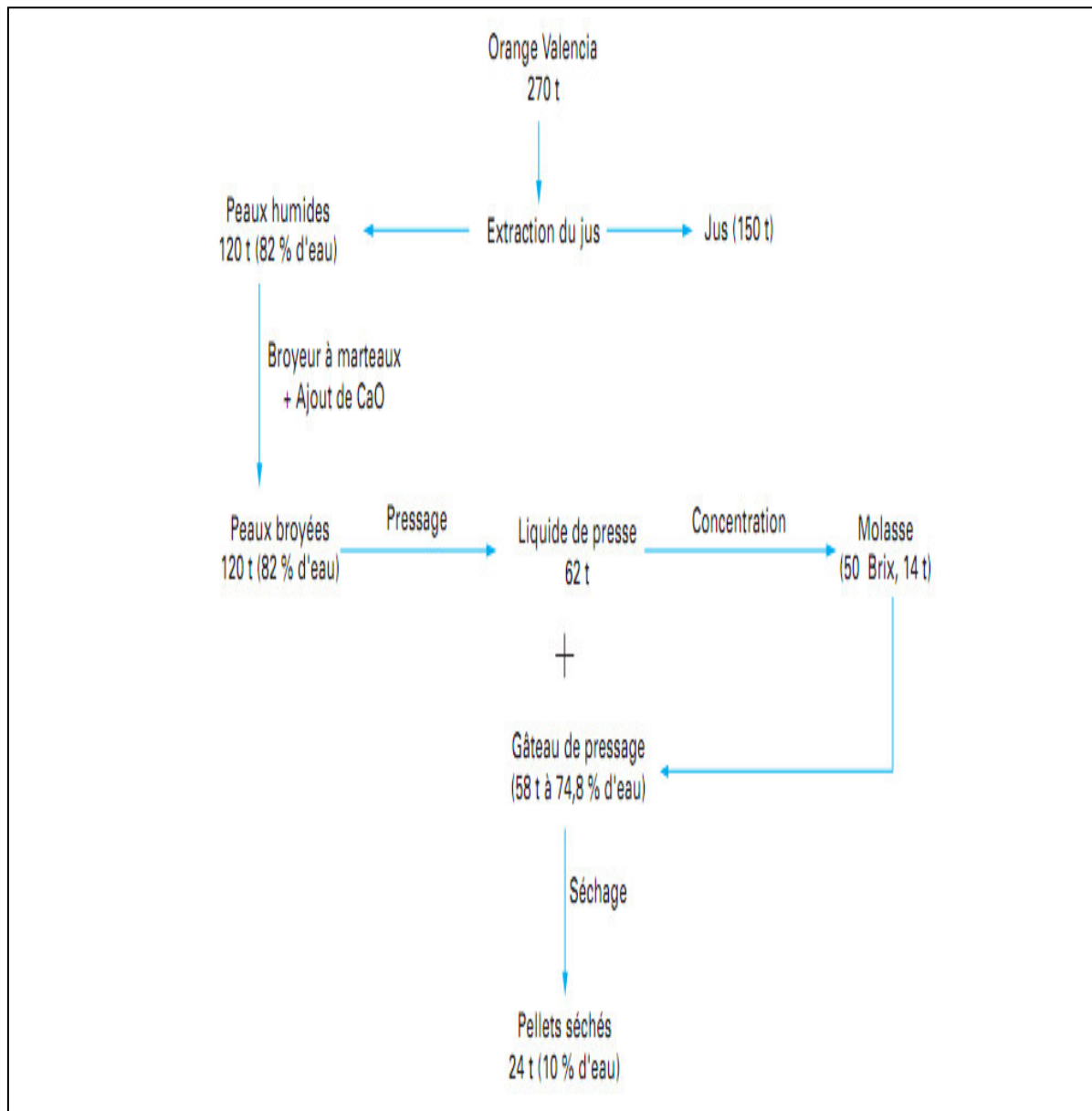
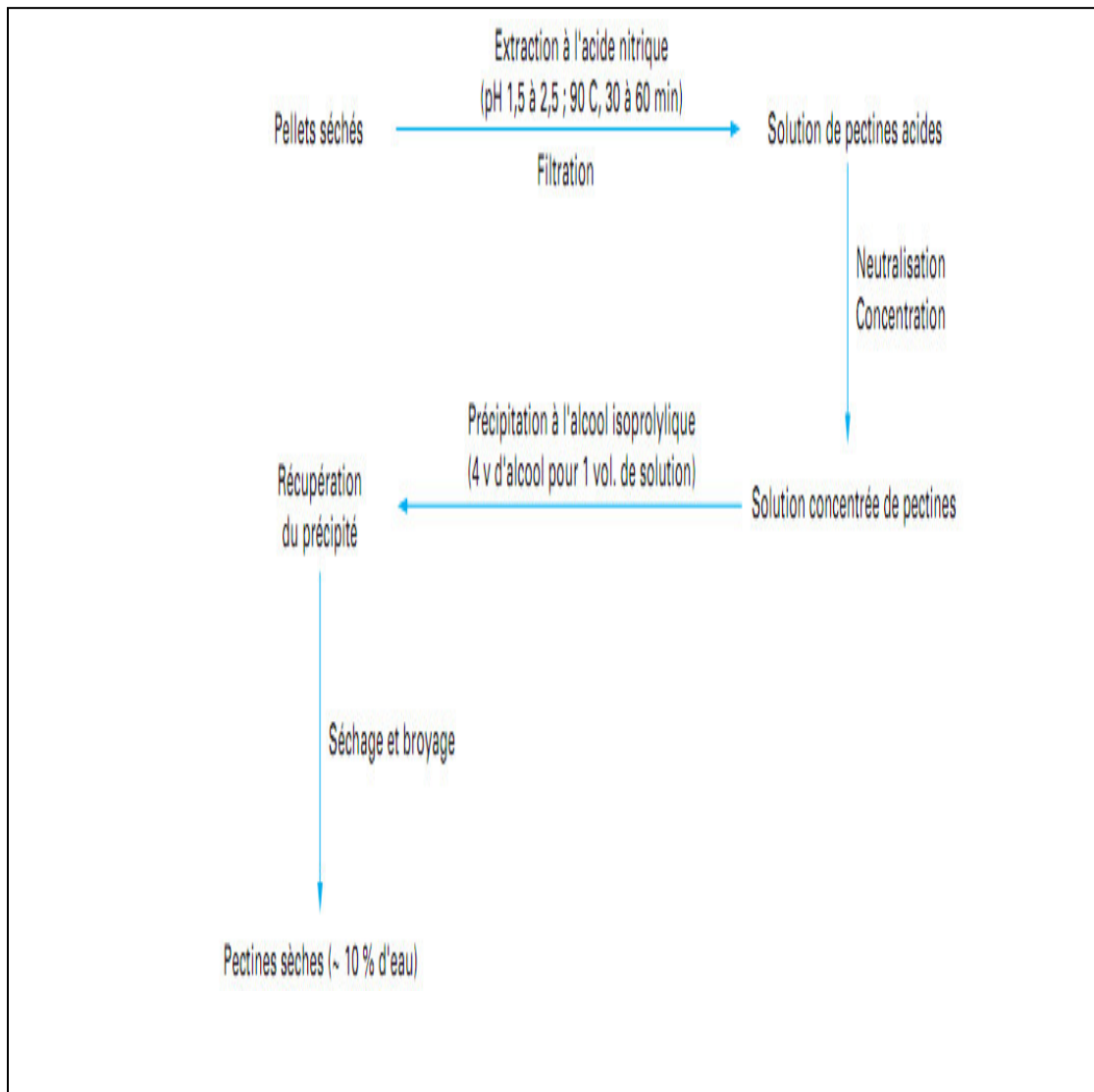


Figure6 : Etapes d'obtention des pellets. (Brat et Cuq; 2007).



**Figure 7 :** Etapes d'obtention des pectines à partir des pellets. (Brat et Cuq; 2007).

CHAPITRE III  
Généralité sur les  
substances  
pectiques

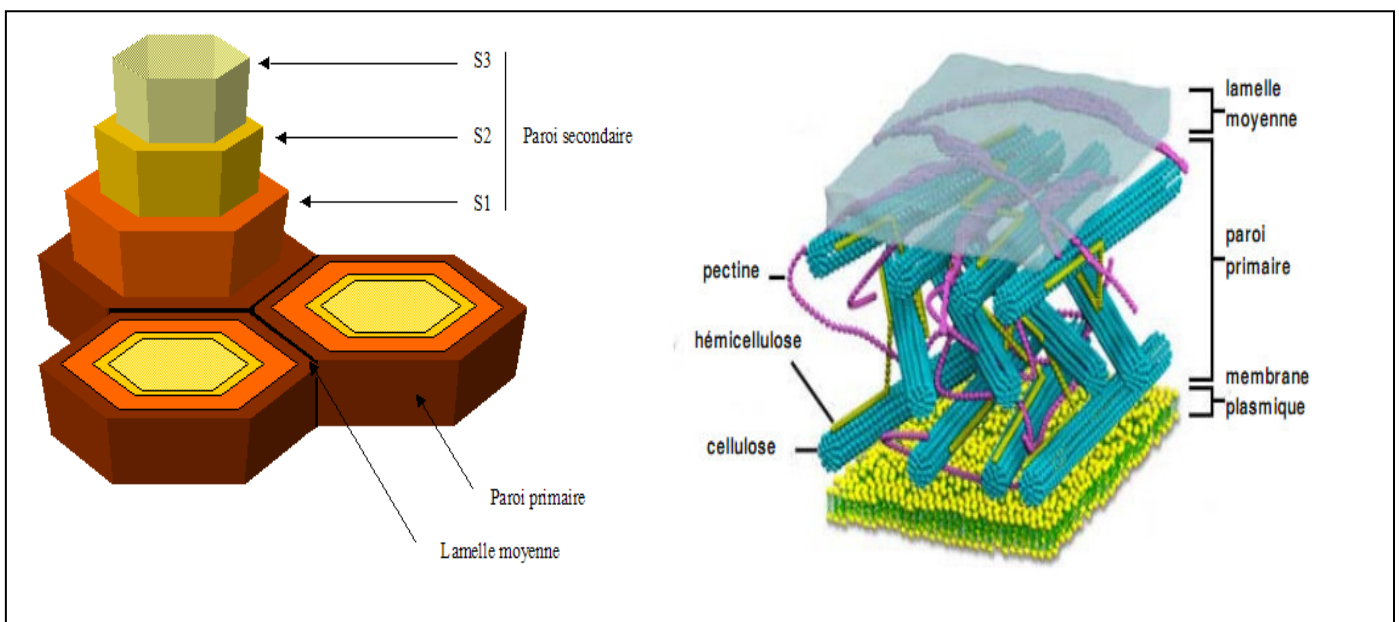
### 1. Historique des substances pectiques.

Découvertes par Vauquelin en 1790, mais non caractérisées, en 1825 le chimiste français Braconnot donna le nom de « *pectine* » (du grec '*pektos*' signifiant prise en gelée, rigide) aux substances extraites des fruits et qui gélifient en milieu sucré et acide (Glicksman, 1969). Smolenski rapporta en 1924 que la pectine est une substance de polymère d'acides Galacturoniques. En 1930, Meyer et Marc ont découvert la formation en chaînes de la molécule de pectine. Depuis le début du XXème siècle, les pectines sont extraites industriellement du marc de pommes et sont utilisées comme agent gélifiant des denrées alimentaires (elle porte comme additif alimentaire le numéro de code européen : E 440) (Clement, 1978).

### 2. Définition des pectines

Les pectines sont des polysides complexes entrant dans la composition des parois cellulaires de la plupart des végétaux supérieurs. Elles sont majoritairement présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire (Figure 8). Elles participent à la cohésion de la cellule et au maintien des parois par le biais d'interactions mécaniques et chimiques avec les autres constituants de la paroi (Donato, 2004).

Constituée d'une chaîne principale d'acides galacturoniques liés en  $\alpha$  (1-4) et dont la fonction acide est plus ou moins estérifiée par du méthanol (pectines hautement méthylées et pectines faiblement méthylées) (Figure9). (Manfred, 2002)



**Figure 8** : Représentation schématique de la paroi de cellules du sclérenchyme. ([http://www.spectrosciences.com/article.php3?id\\_article=51](http://www.spectrosciences.com/article.php3?id_article=51))

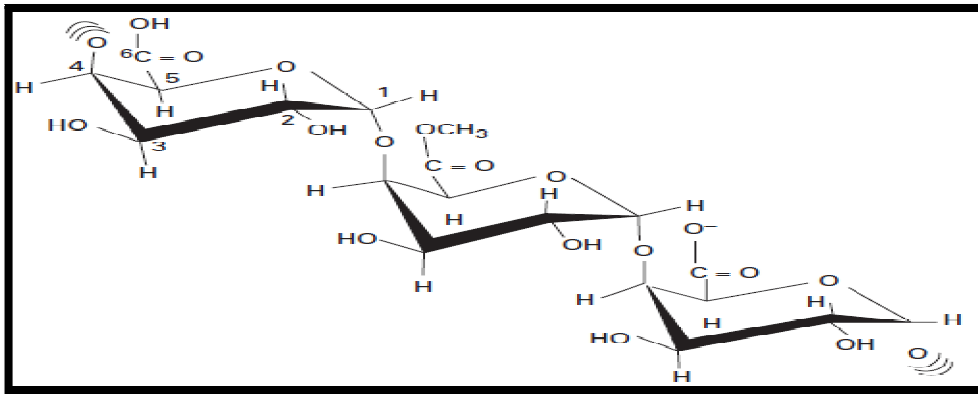


Figure 9 : Structure de la molécule de pectine. (Tilly, 2014)

### 3. Structure chimique des substances pectiques

Les pectines sont des hétéropolysaccharides caractérisés par une forte teneur en acide galacturonique (GalA), monomères liés entre eux par des liaisons  $\alpha$  (1-4) et partiellement acétylés ou estérifiés par des groupements méthyles (**Figure 10**).

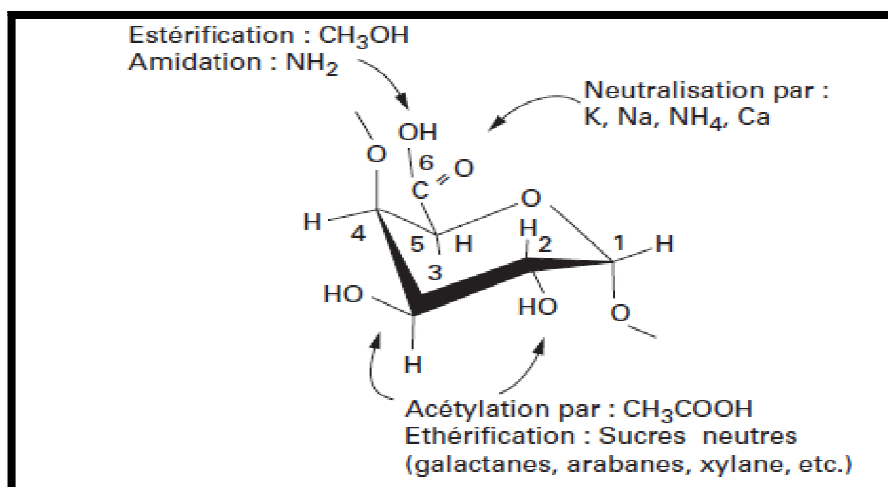


Figure 10 : Substitution de l'acide galacturonique (Tilly, 2014).

Elles sont composées de différents polysaccharides associés : les homogalacturonanes, les xylogalacturonanes, les rhamnogalacturonanes, les arabinanés, les galactanes et les arabinogalactanes. Cette association permet de décrire les pectines comme étant constituées essentiellement de trois domaines distincts, à savoir l'homogalacturonane et les rhamnogalacturonanes I (**figure 12**) et II (**figure 13**) (RG-I et RG-II) (**Perrone et al., 2002**). Les pectines sont constituées d'une zone lisse formée d'homogalacturonanes (HG) et d'une

zone hérissée composées de rhamnogalacturonanes (RG) et de chaînes latérales (Figure 11). Ce sont des complexes de polysaccharides à forte teneur en acide galacturonique (AG) et une faible quantité de rhamnose et d'oses neutres (Voragen et al., 1995 ; Bonnin et al.,1997)

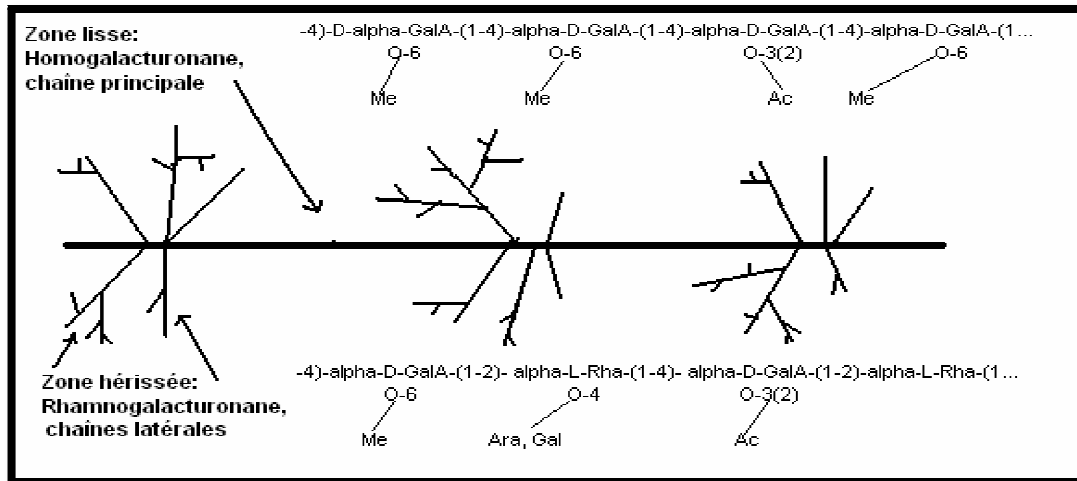


Figure 11 : Structure type du squelette des substances pectiques (Bonnin et al., 1997).

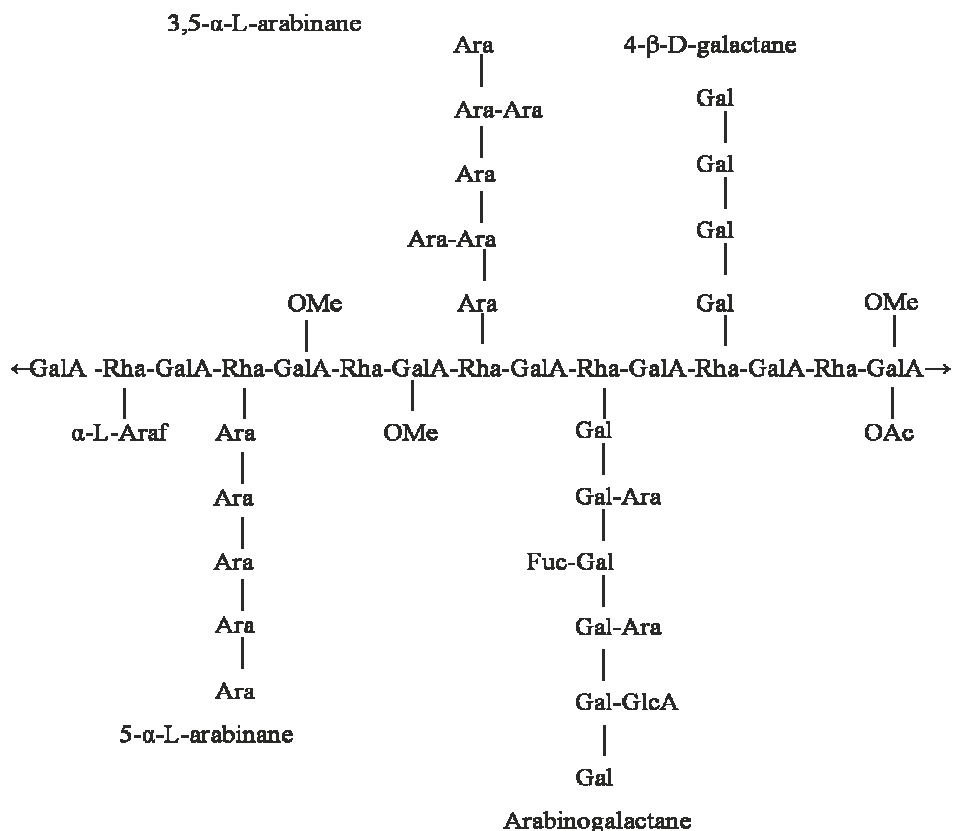


Figure 12 : Structure d'un rhamnogalacturonane I



pH des solutions est supérieur à 3, les pectines sont sous leur forme ionique (Thakur et al., 1997).

#### 4.2 Propriétés gélifiantes

La gélification consiste en l'association des chaînes de polygalacturonate, par formation des zones de jonctions (Rees, 1969). La présence des zones « fibreuses » et surtout des coudes pectiques limite la taille des zones de jonctions, empêchant une précipitation totale et permet à une même macromolécule d'être liée à plusieurs autres, facilitant la formation du réseau (figure 14).

Selon que l'on s'attache aux pectines HM ou LM, différenciées par leur DM (ou DE) (HM > 50 % LM < 50 %), le mécanisme de gélification ainsi que les propriétés du gel sont différentes. Le gel de pectine HM est un gel sucré et acide alors que le gel de pectine LM est principalement calcique, thermoréversible et thixotrope.

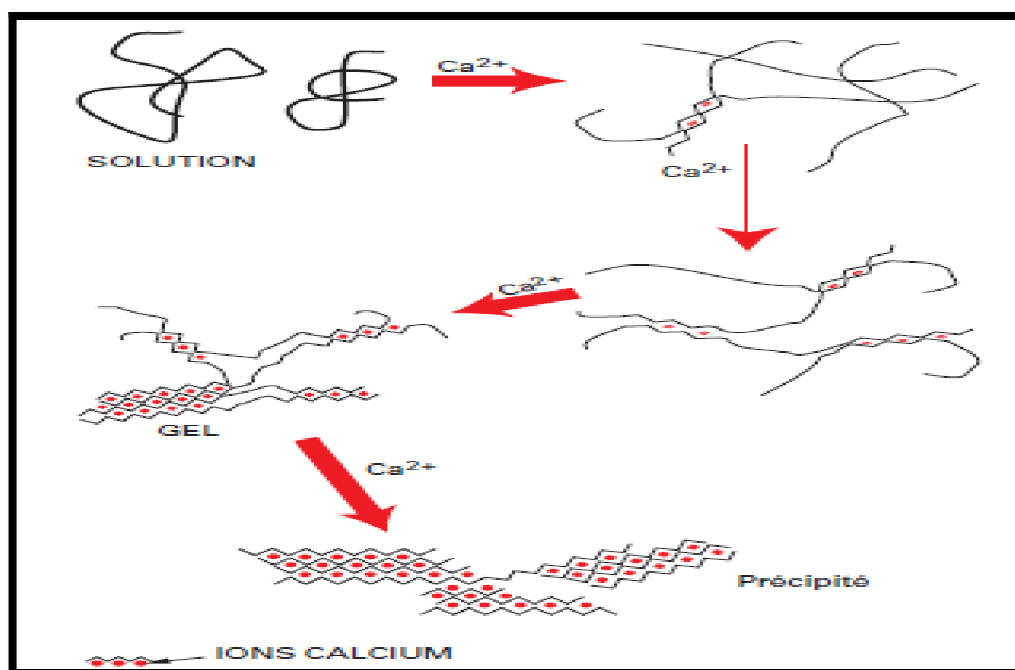


Figure 14 : Gélification des pectines LM. (Tilly, 2010)

### 4.3 Propriétés stabilisantes

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. **Matia-merino et al., (2004)** ont identifié que la texture et la stabilité des produits à base de lait peuvent être manipulés avec sensibilité par l'addition de la pectine, en raison :

- De ses propriétés gélifiantes/épaississantes (par exemple en crèmes desserts à base de laits acides et non acides) ;
- De ses propriétés stabilisantes (par exemple dans des boissons de yaourt, des boissons de petit lait, des mélanges de lait/jus et des émulsions d'huile en eau).

Selon **Guillotini et al., (2007)** on peut utiliser aussi les pectines faiblement méthylées pour stabiliser des boissons contenant du lait acidifié. La pectine peut aussi être utilisée pour stabiliser les boissons troubles (**Akhtar et al., 2002**).

### 4.4 Propriétés épaississantes des pectines

Les pectines sont des matières épaississantes anioniques (**Ptiochina et al., 2008; Herbestreith et Fox 1998; Linden et Lorient, 1994**). L'ajout de pectine à un produit alimentaire complexe, comme la confiture, modifie la perception de la saveur, mais l'effet dépend du type de pectine et des composés d'arôme.

L'ajout de pectine HM diminue à la fois la concentration en composés majeurs et l'intensité olfactive du composé apolaire. L'ensemble des études dans ce sens conduit à émettre l'hypothèse que des liaisons chimiques covalentes ou de faibles énergies (hydrophobes) entre la pectine et les composés d'arôme sont à l'origine de la modification de la perception olfactive.

### 4.5 Viscosité des pectines

La viscosité des pectines est inférieure à la plupart des autres gommes. La pectine peut former une solution visco-élastique et un réseau structural qui sont largement exploités dans les confitures, gelées et marmelades.

Toutefois, les pectines ont des effets intéressants du fait du comportement newtonien des solutions de pectines à faible concentration. Ces propriétés sont particulièrement

remarquables chez les pectines d'agrumes possédant des poids moléculaires élevés. Elles sont alors utilisées dans des produits comme les jus de fruits concentrés pour restituer la viscosité caractéristique des jus (**Leroux et al., 1983**).

Les pectines sont largement répandus pour leur propriétés épaississantes et gélifiantes dans beaucoup d'aliments, ainsi que dans les applications industrielles (par exemple crème glacée, sauce, crèmes desserts, flans, confitures et gelées, conserves de viande, confiseries, etc.) ; ces applications sont liées aux propriétés rhéologiques complexes des produits (**Osmond et al., 2002**).

#### 4.6 Poids moléculaire

La détermination de la masse moléculaire des pectines est une donnée difficile à mesurer et pour trois raisons (**Ralet et al., 2002**).

- Les pectines sont par définition des molécules hétérogènes ;
- Une fois extraites et purifiées, elles deviennent parfois insolubles dans l'eau qui est pourtant le solvant qui a servi à leur extraction ;
- Molécules polyanioniques par définition, les pectines forment (à la suite d'interactions électrostatiques) des agrégats multimoléculaires.

La détermination de la masse moléculaire des pectines doit donc être effectuée par plusieurs méthodes physico-chimiques complémentaires, dont la convergence des résultats permettra d'établir une valeur significative de la masse moyenne des pectines.

Afin d'améliorer la précision, les méthodes devront être étalonnées par l'utilisation d'oligogalacturonides et d'acides pectiques et auront recours, pour s'affranchir des interactions électrostatiques intermoléculaires, à l'utilisation de tampons compatibles avec la méthode physico-chimique.

Récemment, **Ralet et al., (2002)** ont développé une technique HPLC d'exclusion stérique couplée au *laser light scattering* qui améliorerait sensiblement la caractérisation du poids moléculaire des pectines.

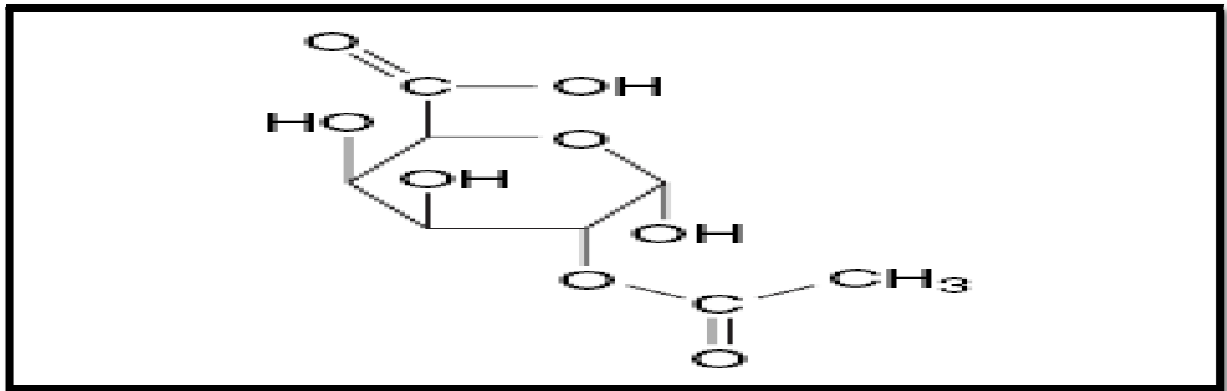
En fonction des techniques utilisées pour les extraire et les analyser, la masse moléculaire des pectines peut donc varier de quelques dizaines à quelques centaines de KDa.

#### 4.7 Degré de méthylation

Le degré de méthylation (DM) est défini comme le pourcentage des groupes carboxyliques estérifiés avec du méthanol (**Bonnin et al., 2002 ; Levigne et al., 2002**). Le DM peut atteindre des valeurs allant souvent jusqu'à **70-80 %**.

#### 4.8 Degré d'acétylation

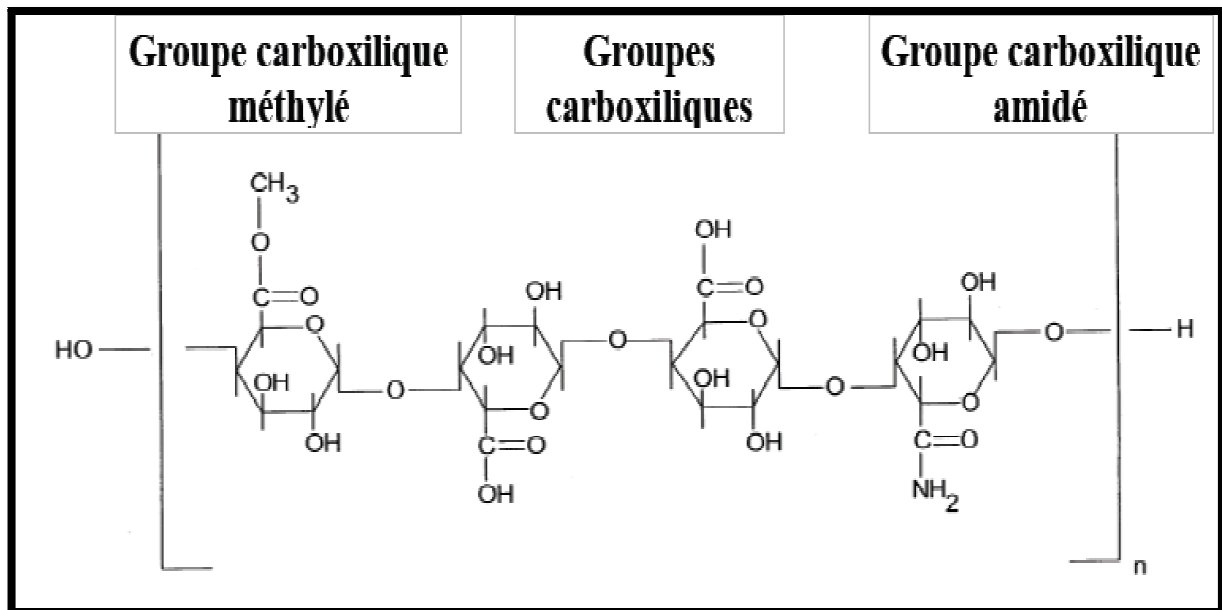
La répartition et la longueur des zones homogalacturoniques et rhamnogalacturoniques, le degré d'estérification et la distribution du méthanol, de l'acide acétique et de l'acide férulique, la quantité, la longueur et les ramifications des chaînes latérales sont variables selon les espèces, la maturité, la localisation dans la plante et les conditions d'extraction (**Ralet, 2006**).



**Figure 15** : Acide galacturonique acétylé en position O<sub>2</sub> (**Laurence et al., 2001**).

#### 4.9 Degré d'amidation

Ce paramètre concerne surtout la pectine faiblement méthylée amidée (LMAP). Le degré d'amidation (DA) est le pourcentage de groupes carboxyliques sous la forme d'amide. Un DA autour de **17 %**, permet à ce type de pectine de tolérer plus de variation de contenu de calcium et de posséder un degré plus élevé de thermoreversibilité (**Matiamerino et al, 2004**).



**Figure 16** : Structure chimique représentative de pectine montrant la répétition typique des groupes (White *et al.*, 1999).

### 5. Extraction de pectine

L'extraction industrielle de la pectine se fait à partir des sous produits de l'industrie des jus de fruits. Marcs de pommes et écorces d'agrumes sont les sources principales et abondantes de pectine en raison de leur richesse en protopectine et en acide pectique. La pectine de pomme est plus riche en sucres neutres et en amidon (qui constitue le « *ballast* ») mais moins riche en protéines et calcium que la pectine d'agrumes.

Le procédé d'extraction est basé sur l'hydrolyse en milieu acide et chaud de la protopectine qui se transforme en acide pectinique. Le jus obtenu est traité par de l'isopropanol, afin de précipiter la pectine. Le coagulum, à l'aspect fibreux, est lavé, pressé, séché sous vide, puis broyé pour obtenir une poudre fine (Kirk *et al.* 1967). Les réglages de la température, du pH et du temps de l'hydrolyse permettent de prédéterminer le DM de la pectine. Les pectines ainsi extraites, ont le plus souvent un DM compris entre 55 et 75 % (pectines HM). Leur masse moléculaire est généralement élevée. Les pectines LM sont obtenues par désestérification chimique, acide et/ou alcaline des pectines HM (May, 1990)

## 6. Applications des pectines dans la nutrition et dans l'industrie alimentaire

### 6.1 Leur rôle comme additif alimentaire

Les pectines ont d'abord été utilisées pour la préparation des confitures, des gelées, des marmelades et des conserves, qui sont les gels tartinables (**N'Bermillier, 2001 ; Marathe et al, 2002**).

La formation des complexes de protéine-polysaccharide peut être utilisée pour améliorer les propriétés fonctionnelles des protéines. Les interactions protéine-pectine améliorent la solubilité, l'émulsification, la gélification et le comportement moussant des concentrés. (**Barrera et al., 2002**).

### 6.2 Leur rôle comme produit pharmaceutique

Les pectines sont potentiellement utiles en tant que produits pharmaceutiques puisqu'elles ont montré une influence au niveau du cholestérol dans le sérum (**Cara et al., 1993**), et peuvent éliminer les métaux lourds toxiques auxquels elles se lient (**Yokoi et al., 2002**).

La pectine entre dans la composition de spécialités pharmaceutiques pour ses propriétés anti-acides, hémostatiques ou anti-diarrhéiques (**JOURDAIN et al., 2005**), et peut aussi être utilisée comme adhésif dans la chirurgie dentaire (**Boonrod et al., 2006**).

Le sulfate de pectine prolonge la coagulation du sang .en plus les gels de pectine peuvent également être utilisés en tant que porteurs à émission lente de médicaments (**O'Neill et al., 2001**). L'addition de fibres alimentaires réduit l'hyperglycémie et l'hyperinsulinémie post prandiale (**Chene, 2003**).

L'une des caractéristiques les plus importantes des pectines comme ingrédients alimentaires est leur capacité à stimuler la croissance des bifidobactéries intestinales. Par exemple, l'utilisation des pectines comme source de carbone entraîne une augmentation du nombre de bifidobactéries, de *Lactobacillus* et d'*Eubacterium rectale* (**Olano-Martin et al., 2002 ; Manderson et al., 2005**).

Etude  
Expérimentale

CHAPITRE I  
MATRIEL ET  
METHODES

### 1. Préparation de la matière première

La matière première utilisée pour l'extraction des substances pectiques était les écorces d'orange fraîches obtenues après extraction du jus des oranges de la variété Thomson ramenées du marché local de la région de Boumerdes.

Les écorces utilisées pour l'extraction des substances pectique ont été d'abord préparée par:

- **Lavage :**

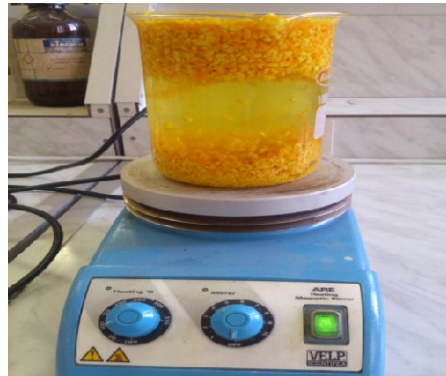
Les écorces sont lavées, nettoyées et découpées en petits morceaux (**figure 17**).



**Figure 17 : Lavage, nettoyage et découpage des écorces.**

- **Blanchiment**

Le blanchiment ayant comme but d'inactiver les enzymes pectiques (Kar *et al.*, 1999), il consiste à la mise en chauffage les écorces découpées dans l'eau distillée à un rapport : écorces/eau : 1/2,5, et à une température entre 95÷98°C pendant 5 min (Benchabane: 1984) ; (**figure 18**)



**Figure 18 : Blanchiment des écorces.**

- **Deuxième lavage**

Des lavages à l'eau distillée sont effectués (eau /écorces d'orange **2,5 :1**) (**Crandall et al., 1978**), le nombre de lavages à été fixé à quatre, la concentration en solides solubles de la phase aqueuse étant de **0° Brix** au quatrième lavage; ces traitements permettent d'éliminer les sucres, les principes amers, les matières colorantes, les substances pectiques solubles dans l'eau et autres composés solubles (**Royo-iranzo et al, 1975**);

- **Pressage**

Les morceaux sont pressés dans un tissu pour enlever, le maximum de solides solubles (**Rouse et Crandall, 1976 et 1978**).

## **2. Extraction des substances pectiques (Diagramme de la figure 19)**

Il est à rappeler que, dans les écorces d'orange, les pectines se trouvent à l'état de *protopectines*. Ces dernières, macérées en milieu acide, et à chaud, libèrent les pectines:

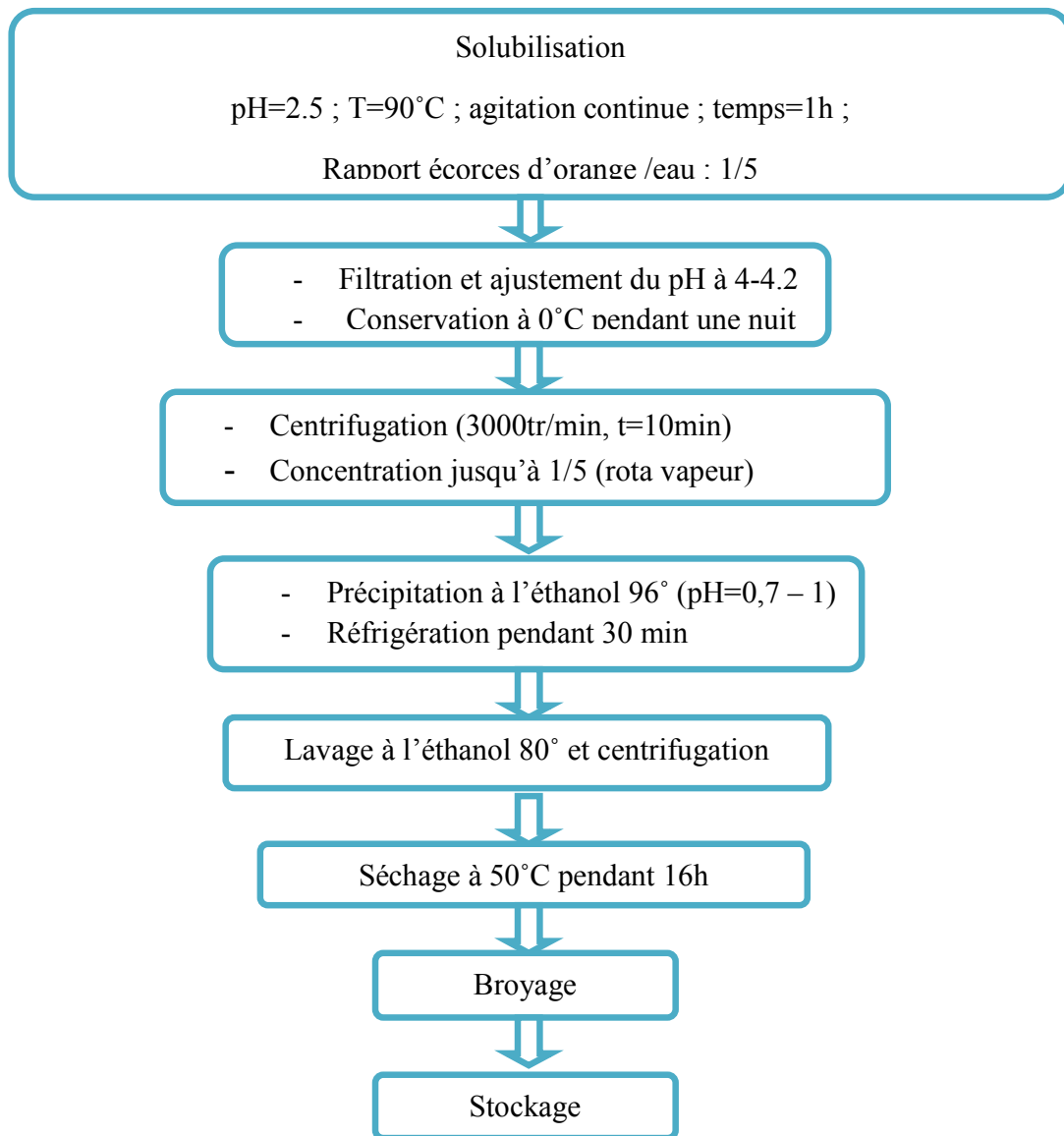


Figure 19 : Diagramme d'extraction des substances pectiques

- **Solubilisation (Kratchanova et al.,2004)**

Les paramètres de solubilisation sont les suivants : (fig.3)

- Rapport écorces /eau (1 : 5)
- pH 2.5
- Température de chauffage : 90°C
- Durée de chauffage : 60 minutes
- Agitation : continue.



**Figure 20 : La solubilisation**

- **Filtration**

Cette opération est effectuée aussitôt la solubilisation arrêtée, avant refroidissement et augmentation de la viscosité;

La filtration est réalisée, à chaud, à travers un tissu disposé dans un *Büchner*. Ce dernier est relié à une pompe sous vide pour faciliter la filtration. Ce dispositif de filtration baigne dans la glace pilée pour abaisser la température. (Figure 21)

Le jus pectique est conservé pendant une nuit au réfrigérateur à 0°C pour éviter la dégradation de pectine. (Figure 22)



**Figure 22 : Le jus pectique obtenu après la filtration**



**Figure 21 : L'installation de filtration**

- **Purification- Concentration :**

Après un séjour d'une nuit au réfrigérateur et sédimentation des particules en suspension, le jus pectique trouble est clarifié par centrifugation (**3000tr/mn ; 10mn**) le surnageant clair est concentré sous vide (**50°C**) au 1/5 (**Kawabata, 1977**) dans un rota vapeur. (**Figure 23**)

Le concentré obtenu est filtré pour une deuxième fois pour éliminer toutes les substances non pectiques. (**Figure 24**)



**Figure 24 : filtration après concentration**



**Figure 23 : le rota vapeur**

Après ajustement du pH à **4-4,2** le jus pectique concentré est stocké à **0°C**.

- **Précipitation à l'alcool**

A un volume de jus pectique concentré, on ajoute deux volumes d'éthanol à **96%** (**Drzazga et Jechna, 1976**).

Le pH du mélange est ramené entre **0,7** et **1** par ajout d'acide sulfurique concentré (**Cready, 1970**). Le jus pectique concentré est ajouté avec précaution à l'alcool acidulé, sous agitation. Cette dernière est maintenue pendant **30 min**, après ajustement du pH. Après un séjour de **30 min** au réfrigérateur, le précipité obtenu est clarifié par centrifugation (**3000 tr/min ; 10 min**). Le coagulum obtenu est précipité une deuxième fois dans l'éthanol à **80°** puis centrifugé. Cette opération (précipitation-centrifugation) est répétée jusqu'à l'obtention d'une couleur blanche du coagulum.

- **Séchage et stockage des pectines (Iglesias et al, 2004)**

Les pectines sont séchées dans une étuve sous-vide à une température de **50C°** pendant **16 heures** environ. Après pulvérisation dans un mortier pilon les pectines en poudre sont stockées dans des flacons bruns sous dessiccateur.

### **3. Caractérisation des substances pectiques**

- **Rendement d'extraction**

Le rendement en pourcent est déterminé par le poids de la pectine sèche obtenue, rapporté au poids de la matière première (écorces sèches).

$$R\% = \frac{\text{Masse de la pectine sèche}}{\text{Masse de la matière première sèche}} \times 100$$

- **L'humidité des substances pectiques**

#### **Principe**

L'échantillon est mis dans une capsule séchée est placé dans une étuve maintenue à **105°C** jusqu'à poids constant. Toute l'eau s'évapore et le résidu sec s'appelle la matière sèche (MS).

**Mode opératoire**

Pour déterminer le taux d'humidité (H %), cinq grammes (**5g**) de l'échantillon est pesé ( $P_1$ ) dans un creuset, il est placé dans une étuve de type *HERAEUS* réglée à **105 ° C**.

Après obtention du poids constant, l'échantillon est directement mis dans un dessiccateur, refroidi et pesé, cette opération est répétée jusqu'à obtention d'un poids constant ( $P_2$ ).

Le taux d'humidité est calculé selon la formule suivante:

$$MS\% = \frac{P_1 - P_2}{P_1}$$

Où :

$P_1$  : Poids de l'échantillon avant séchage ;

$P_2$  : Poids après le séchage.

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

- **Détermination de l'acide galacturonique par la méthode de Thibault (1983)**

Cette méthode est basée sur le chauffage en milieu acide concentrée, les substances pectiques qui sont totalement dépolymérisées et les groupements réducteurs obtenus (d'acide galacturonique et éventuellement des hexoses, des pentoses et des méthyl pentoses) sont transformés en dérivés furfuriques (acide 5- formyl furoique). Ces dérivées se condensent alors avec le méta-hydroxydiphényl (M.H.D.P) pour former des complexes colorées dont le maximum d'absorption est situé entre 520-530 nm.

### Mode opératoire

Dans un tube à essai, 6 ml d'acide sulfurique concentré sont ajoutés à 1 ml de la solution pectique (préparée par dissolution de 0,1 g de la pectine obtenue dans 100 ml d'eau distillée). Le mélange est porté à 85 °C au bain Marie pendant 5 minutes. La réaction est arrêtée en plongeant les tubes dans un bain à glace. 1 ml de réactif M.H.D.P est alors ajouté dans le tube à essai, ce dernier est agité au vortex et mis au repos pendant 25 minutes pour le développement de la couleur rose caractéristique du complexe formé. La lecture de la densité optique est effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre type de **JASCO-V530** à 520 nm.

Une gamme étalon est réalisée avec des solutions d'acide galacturonique entre 0 et 0.15 g/ml.

### Expressions des résultats

Le pourcentage de l'acide galacturonique dans l'échantillon est donné par l'équation suivante :

$$AG = \frac{m * f * 0,91}{M} * 100$$

Où:

**m** : poids en mg d'acide galacturonique relevé sur la courbe d'étalonnage ;

**M** : poids en mg d'échantillon de pectine à analyser pour 1 ml ;

**f** : facteur de dilution ;

**0.91**: facteur de conversion d'acide anhydrogalacturonique en acide galacturonique.

- **Dosage des oses neutres**

#### Principe

La concentration moyenne des oses totaux est déterminée par la méthode du phénol sulfurique décrite par **Dubois (1956)**, à **0,5 ml** d'une solution d'oses, sont ajoutés respectivement **0,5 ml** de phénol à **5%** et **2,5 ml** d'acide sulfurique, ce dernier dégage une chaleur intense (**110 °C**) et donne une couleur jaune brune au mélange. Le milieu est agité en vortex puis maintenu **15**

minutes à **100 °C** dans un bain-marie pour plus de reproductibilité. Après **30 min** de refroidissement à l'obscurité.

### Dosage

La densité optique à 490 nm est lue pour chaque essai Une courbe d'étalonnage est tracé à partir d'une série de dilutions d'oses xyloses et mannose à **0,1%**.

- **Détermination du degré d'estérification (DE)**

Le degré d'estérification est déterminé par titrage selon la méthode de **Schutz 1965 et Schweigers 1965** ;

### Mode opératoire

10 ml de solution de pectine à **1%** sont titrés par NaOH (**0,1N**) (titration1A), ensuite désestérifier cette pectine par l'addition de **20 ml** d'NaOH 0.5N pendant **30 min** ; puis neutraliser les NaOH restantes par l'addition de HCL (**0,5N**). Et enfin en titrer par NaOH (**0,1N**) (titration B) en utilisant la phénolphtaléine comme indicateur.

### Expression des résultats :

Le degré d'estérification est déterminé par la formule suivante :

$$DE = \frac{B}{A + B} \times 100$$

Où :

**DE** : degré d'estérification ;

**A** : volume de NaOH (0.1N) utilisé dans la titration A ;

**B** : volume de NaOH (0.1) utilisé dans la titration B.

- Détermination de poids moléculaire des substances pectines

Les mesures de viscosité en milieu dilué indiquent que la viscosité réduite varie avec la concentration du soluté, suivant la relation de **Huggins** :

$$\eta_{red} = [\eta] + \lambda H * C$$

Où :

$[\eta]$  = viscosité intrinsèque en dl/g ;

$\lambda H$  = coefficient de Huggins, en général inférieur à 0,9 ;

$C$  = concentration de soluté en g/dl.

La viscosité spécifique et la viscosité réduite des solutions sont déterminées selon les relations suivantes:

$$\eta_{sp} = \frac{t - t_s}{t_s} \quad et \quad \eta_{red} = \frac{\eta_s}{C}$$

$t$  = temps d'écoulement de la solution(s) ;

$t_s$  = temps d'écoulement de solvant(s).

La viscosité intrinsèque sera donc obtenue par extrapolation de la concentration nulle :

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \eta_{sp}/C$$

Or, on constate que dans le cas des solutions aqueuses de pectines, la dilution accroît fortement  $\eta_{sp}/C$ , ce qui rend impossible cette extrapolation.

En effet, les pectines étant des polyélectrolytes, les molécules s'entourent de solvant et les ions compensateurs se répartissent sur un plus grand volume autour du polyélectrolyte, de sorte que la neutralisation des charges est atténuée et des répulsions entre molécules apparaissent, d'où un accroissement de la viscosité **aux faibles concentrations** en milieu aqueux. L'apport de sel neutre (Na Cl) tend à réduire ces répulsions par augmentation de la force ionique du **milieu**, et le comportement de la pectine devient celui d'un polymère neutre. On adjoint également au solvant de l'EDTA de manière à éviter la formation d'agrégats de molécules pectiques par complexation avec des cations divalents (**Owens et al., 1946**).

La viscosité intrinsèque est liée à la masse moléculaire moyenne viscosimétrique par la relation de (**Mark- houwink**)

$$[\eta] = K * M^a$$

Où :

K et a sont des constantes caractéristiques du milieu et du polymère.

#### **Mode opératoire (Owens et al.,1946)**

Les mesures sont réalisées à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille (temps de chute du solvant = 94s) dans un bain thermostat à température ambiante. Les solutions de pectine sont réalisées dans le milieu suivant :

$$\left. \begin{array}{l} \text{Na Cl } 0,155\text{M} \\ \text{EDTA } 0,005\text{M} \end{array} \right\} \text{ Dans l'eau distillée.}$$

Pour les pectines en solution dans ce milieu la masse moléculaire viscosimétrique ( $M_v$ ) est calculée de l'équation de Mark- houwink établie pour des pectines par (**Owens et al., 1946**) :

$$[\eta] = 1,4 * 10^{-6} * \bar{M}_v^{1,34} \quad [\eta] \text{ en dl/g}$$

D'après ces auteurs, cette relation s'applique quels que soit le DE des pectines et les pH des solutions.

- **Analyse du spectre infrarouge de la pectine**

La spectroscopie **infrarouge** est une méthode d'analyse physique rapide, Basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule (**Kacurakova et al., 2000**).

La spectroscopie correspond à l'étude de l'interaction d'une onde électromagnétique avec la matière. Cette interaction est caractérisée par un échange d'énergie. La spectroscopie infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon. Le domaine infrarouge est la région du spectre située entre le visible et les micro-ondes. Ce domaine est découpé en trois parties : le proche infrarouge, le moyen infrarouge et le lointain infrarouge. Dans le cas présent, le domaine de l'infrarouge considéré est celui du moyen infrarouge qui s'étend de **4000  $\text{cm}^{-1}$**  à **400  $\text{cm}^{-1}$** . Pour qu'une absorption d'énergie puisse avoir lieu, il faut que la fréquence de l'onde lumineuse (nombre d'onde) soit égale à la fréquence de vibration de la liaison moléculaire. Dans ce cas, un phénomène de résonance est observé entre la molécule et l'onde ainsi qu'un transfert d'énergie. Chaque liaison moléculaire a sa fréquence de vibration propre, la mesure de l'absorbance permet d'obtenir des renseignements sur la nature du groupement chimique et sa proportion. Plus précisément, ces auteurs ont montré que  $-\text{COOH}$  et  $\text{COO}-\text{CH}_3$  absorbaient à **1749  $\text{cm}^{-1}$**  et que le groupe d'acide carboxylique ionisé ( $-\text{COO}^-$ ) absorbait à **1630  $\text{cm}^{-1}$**  à l'état solide. Ces bandes d'absorption correspondent aux vibrations d'étirement de la liaison  $\text{C}=\text{O}$  des groupements ester et carboxylates. Classiquement, en solution, les groupes esters carboxyliques et les acides carboxyliques protonnés absorbent à **1740  $\text{cm}^{-1}$**  tandis que les groupes carboxylates absorbent à **1600  $\text{cm}^{-1}$** .

Proctor (**2000**) ont déterminé le degré d'estérification de la pectine d'abricot par infrarouge à transformé de **fourrier** (FTIR) en calculant la surface du pic correspondant à transition du groupement ester par référence au spectre IR d'une pectine dont les degrés de méthylation est connu.

La poudre de pectine en pastille avec KBr était l'objet d'un scan infrarouge à transformée de fourrier type **Jasco FT/IR-4100** avec un facteur de résolution  $4 \text{ cm}^{-1}$  et un nombre de scan 40.

Cette analyse a été faite sur quatre types de pectine :

- Pectine 70%
- Pectine commerciale (P)
- Pectine précipitée à l'éthanol acidulé
- Pectine précipité à l'éthanol non acidulé.

#### 4. Application de la pectine obtenue comme texturant dans la boisson

La pectine obtenue au laboratoire a fait l'objet de son application comme texture à la boisson cocktail de la société Sodas et Boisson d'Algérie (SBA) de marque HAMOUD BOUALEM.

##### 4.1. Préparation des échantillons de la boisson :

155g de sirop blanc à 65°brix sont mélangés avec 55 g de concentré de cocktail, 2,6g d'acide citrique sont ajouté au mélange.

##### ▪ Préparation de la pectine liquide :

Différentes quantités de pectine sont mélangées avec 3,8 g de sucre blanc. Le mélange est dissoudre dans l'eau chaude. (Tableau 1)

**Tableau 1 : Les différentes quantités de la pectine ajoutée aux échantillons**

échantillon	1	2	3
Quantité de pectine ajoutée (g)	0,8	1	1,2

La pectine sous forme liquide est ajoutée à ce mélange à différentes concentration ; la boisson est agitée pour éviter la gélification de la solution ; la solution est ajustée à 1l avec l'eau de process. La boisson obtenue est bien mélangée.

La boisson ensuite est pasteurisée à 90°C pendant 30 min. immédiatement réfrigérer et stockée pendant 2 mois pour vérifier sa stabilité.

La viscosité, le degré de brix et la rhéologie de la boisson est déterminées.

➤ **Etude de la rhéologie de la pectine**

La rhéologie désigne la science de la déformation et de l'écoulement de la matière. La caractérisation rhéologique d'un échantillon consiste soit à appliquer une contrainte ( $\sigma$ ) et à mesurer sa déformation ( $\gamma$ ), soit à lui appliquer une déformation et à mesurer la contrainte correspondante. La contrainte est la force appliquée par unité de surface du fluide considéré.

**Mode opératoire :**

Le test de rhéologie est réalisé sur **20 ml** de boisson à l'aide d'un rhéomètre rotatif à contrainte imposée (**IR 2000 TA**) équipé d'un module à cylindres coaxiaux avec un rotor cylindrique d'une hauteur de 42mm et diamètre 14mm.

➤ **Détermination de la viscosité**

La viscosité de la boisson est déterminée à l'aide d'un viscosimètre électronique de type FUNGILAB S.A.

➤ **Détermination de degré de brix**

Le degré de brix est déterminé après l'homogénéisation de la boisson à l'aide d'un réfractomètre électronique.

➤ **Mesure de potentiel d'hydrogène**

A l'aide d'un pH-mètre, on mesure le potentiel d'hydrogène de la boisson préparée.

CHAPITRE III  
RESULTATS ET  
DISCUSSION

### 1. Aspect des écorces d'oranges préparées :

Après broyage et découpage des écorces d'oranges, ces dernières avaient un aspect jaunâtre et fermes (figure25 et figure26), la teneur en eau était de l'ordre de **74.4 %**, soit **25.6%** matière sèche, cette valeur est proche de celle obtenue par **Ghanem *et al.* (2010)**, qui ont travaillé sur des écorces d'oranges ayant 25, 2 de matières sèche.

La présence d'eau libre dans les écorces d'oranges favorise le développement des micro organisme et l'activité enzymatique, ce qui nécessite un prétraitement comme le blanchiment et le séchage pour faciliter le stockage des écorces avant leur utilisation.



**Figure25** : Les écorces d'orange



**Figure26** : Les écorces d'oranges après broyage

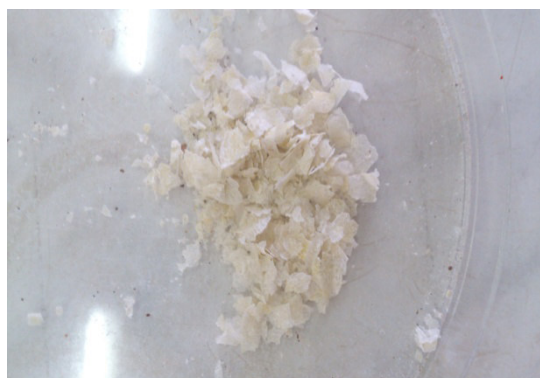
## 2. Rendement d'extraction en substances pectiques :

L'aspect de la pectine extraite est illustré dans les **figures 27 et 28**.

La quantité de pectine extraite est de l'ordre de **2.43%** : en moyenne **0.62g** de pectine qui est extraite à partir de **25.6 g** de matière sèche des écorces d'oranges



**Figure 27** : pectine extraite avant séchage



**Figure 28** : pectine après séchage

D'après certains auteurs le rendement en pectine dépend du type du fruit, de sa maturité et de la variété de la matière première, ainsi que des méthodes de traitements préliminaires et le processus d'extraction; **Kar et al., (1999)** . **Yeoh et al., (2008)**, ont précisé que les conditions d'extraction telles que la température, le temps d'extraction, le pH, les types de solvants d'extraction et temps de solubilisation influent fortement sur le rendement en pectine.

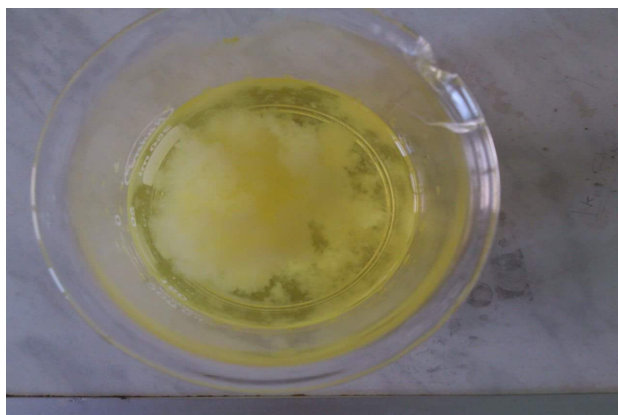
Tableau 2 : Teneurs en pectine de quelques tissus de fruit (Prasanna et *al*, 2007).

Fruits	Tissu	(%de poids sec)
Pommes	Pulpe	0.5-1.6
Pommes	Marc	1.5-2.5
Cerises	Pulpe	0.24-0.54
Citrons	Pulpe	2.5-4.0
Citrons	Ecorce	5.0
Oranges	Pulpe	1.35
Oranges	Ecorce	3.5-5.5

Dans le tableau n°9 nous notons que les écorces de citron et des oranges sont les plus riches en substances pectiques, cela justifie notre travail à évaluer des coproduits d'agrumes. Par ailleurs le rendement en pectine obtenu est inférieur à sa teneur théorique dans la matière première qui s'explique peut être par le nombre d'extraction à partir du même échantillon qui a été fait une seule fois dans nos conditions de travail.

### 3. Caractéristiques de la pectine obtenue

L'ajout de l'éthanol absolu au jus pectique fait apparaître un coagulum fibreux (**figure29**), qui reste en suspension dans la solution alcoolique et qui floccule à la surface du solvant après un temps de repos à 4°C. Ce coagulum représente la matière insoluble à l'éthanol (MIA) et qui se manifeste en substances pectiques, cellulose, hémicellulose et lignine. Après lavage et séchage du coagulum, on obtient une pectine blanchâtre comme c'est déjà montré dans la figure 27.



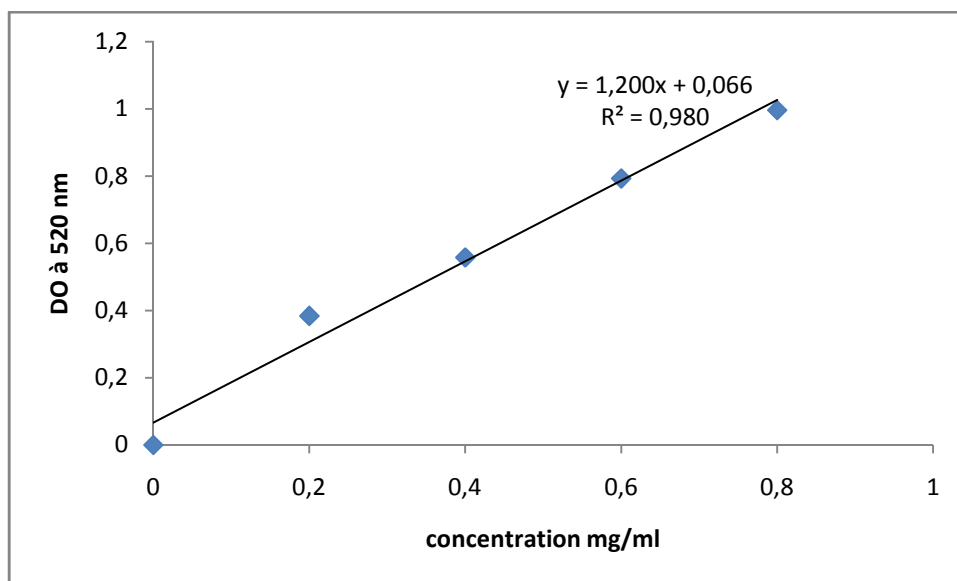
**Figure 29** : coagulum après précipitation à l'éthanol

**Tableau 3** : Caractéristique physicochimiques de la pectine extraite.

<b>Teneur en humidité (%)</b>	<b>9,93%</b>
<b>Teneur en acide galacturonique (AG en %)</b>	<b>69,43</b>
<b>Teneur en oses neutres (%):</b>	
<b>Mannose</b>	<b>5,04</b>
<b>Xylose</b>	<b>14,7</b>
<b>Degrés d'estérification (DE en %)</b>	<b>-</b>
<b>Poids moléculaire viscosimétrique (Mv en Da)</b>	<b>30033,91</b>

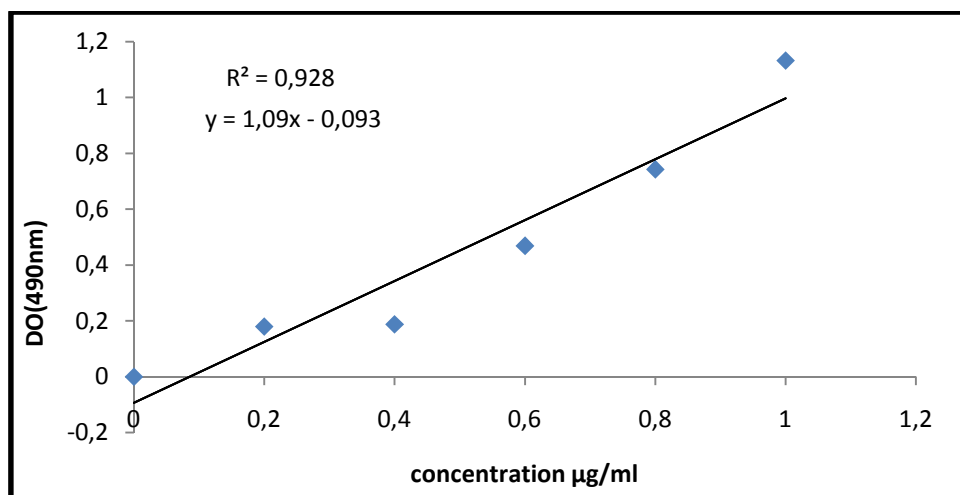
Les caractéristiques physico chimiques de la pectine après séchage représentées dans le tableau n°10 montrent que:

- Le taux d'humidité que nous avons obtenu est d'ordre de 9,93% légèrement inférieur aux normes des pectines qui préconisent un taux de 12% (FAO/WHO), ce taux est tributaire des conditions de séchage au laboratoire.
- L'Homogalacturonane constitue 57% à 69% de la pectine (**Jackson *et al.* 2007**) ce dernier est constitué principalement en acide galacturonique; Dans nos conditions expérimentales nous trouvons une valeur de **69,43 %** d'acide galacturonique dans pectine des écorces d'oranges; cela dit que l'homogalacturonane représente la plus grande portion de la pectine extraite; **Renard (2010)** a signalé que les pectines de citron sont riches en acide galacturonique (68 %) et pauvres en oses neutres, le même auteur signale que les exigences en acide galacturonique dans les pectines sont supérieurs à 60%; Le FAO/WHO exige une valeur de 79 % d'acide galacturonique.

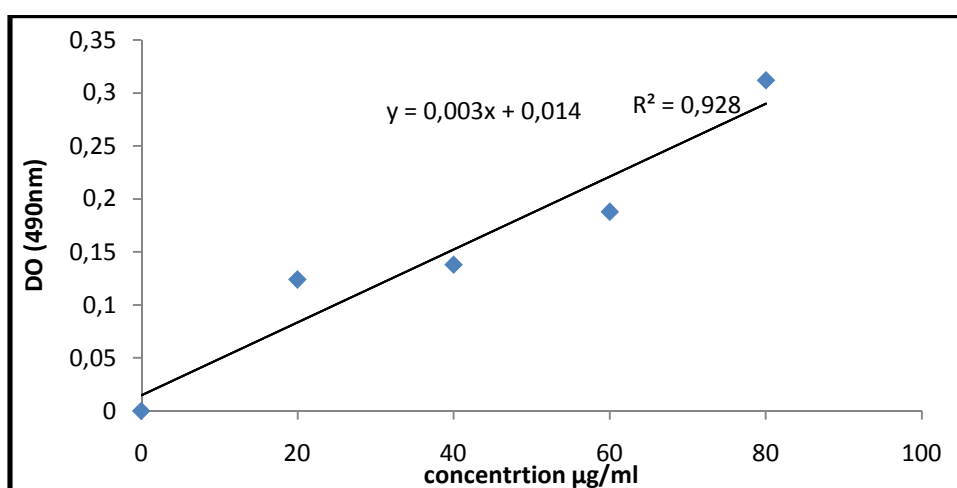


**Figure 30** : courbe d'étalonnage de l'acide galacturonique

- Le D.E est un facteur important pour déterminer le temps de prise en masse des pectines et dépend de la teneur en acide galacturonique anhydre et des groupes carboxyles. Le volume A de Na OH titré pour déterminer le DE était de l'ordre de (0,4 ml), mais la quantité de HCl ajoutée n'était pas suffisante pour neutraliser NaOH; cela s'explique par la sensibilité de la méthode et la nécessité d'utiliser un pH-stat. par ailleurs nous estimons que le pourcentage des groupements méthyles dans la pectine analysée est faible. **Thibault (1983)** avait enregistré un DE égal à 85 % par la méthode de pH-stat dans les pectines d'oranges.
- Les teneur en oses neutres relevées sur les courbes d'étalonnage des figures 7 et 8 sont 5,04% de mannose et 14,7 % de xylose: Ces valeurs sont élevées par rapport à ce qui est cité dans la littérature, tel que l'arabinose est le sucre neutre dominant dans la pectine sa teneur est de 9,3 %, 1,1 %, de D- galactose , 1,2 % de L rhamnose, 0,9 % de xylose et des traces de L- fructose ( **Vijayalakshami 1980**).



**Figure 31** : courbe d'étalonnage de mannose

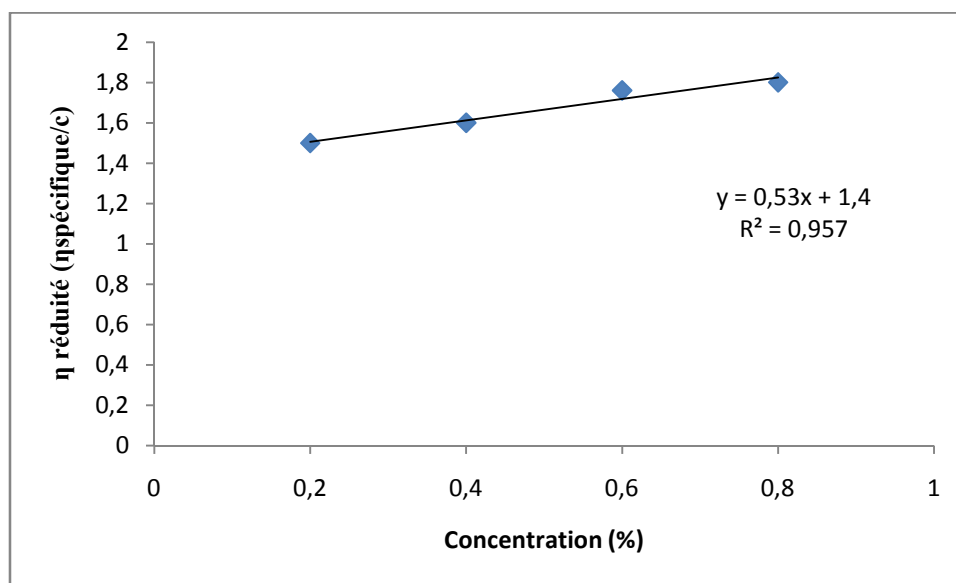


**Figure 32** : courbe d'étalonnage de Xylose

- Le poids moléculaire est également un facteur important dans la fonctionnalité de la pectine. La capacité d'augmenter la viscosité d'une solution et la résistance de gel tendent à augmenter le poids moléculaire de la pectine. Les valeurs des viscosités relatives, spécifiques et réduits en fonction des concentrations des solutions pectiques diluées sont illustrées dans le tableau 11.

Tableau 4 : Viscosités en fonction de la concentration.

[C] des pectines (%)	0,2	0,4	0,6	0,8
$T_0$ (s)	5	5	5	5
$T_1$ (s)	7,18	8,22	10,30	12,24
$\eta_{relative}$	1,43	1,64	2,06	2,44
$\eta_{spécifique}$	0,30	0,64	1,06	1,44
$\eta_{réduite}$	1,50	1,60	1,76	1,80



**Figure 33** : variation de la viscosité réduite en fonction de la concentration des solutions pectiques

D'après la courbe ci dessus, on relève la viscosité intrinsèque qui est égale à 1,4 d'ou la masse moléculaire viscosimétrique moyenne :

$$Mv = \sqrt[1,34]{\frac{1,4}{1,4 * 10^{-6}}}$$

- Selon Sakai *et al.* (1993), le poids moléculaire de la pectine varie de 10 à 400 KDa suivant leur origine. Les préparations en pectines sont généralement hétérogènes par leurs poids moléculaires, et on ne mesure qu'un poids moléculaire moyen. le poids moléculaire le plus élevé est obtenu lorsque les pectines sont extraites à froid ((Vijayalakshami 1980). En outre, le degré de polymérisation est extrêmement variable en fonction de la technique d'extraction employée. Des poids moléculaires

allant jusqu'à  $10^6$  ont été rapportés par Dorsburg, 1965. Le poids moléculaire des pectines des oranges varie de 40.000 à 50.000 selon (Vijayalakshami 1980). Dans des travaux plus récents de Ho *et al.* (2010) la masse moléculaire de la pectine dans les oranges était de  $1,6 \cdot 10^5$ .

### **Spectroscopie infrarouge de la pectine extraite.**

La spectroscopie infrarouge est une méthode rapide et pratique pour la recherche de groupes fonctionnels de polysaccharides. Afin de confirmer l'identité de la pectine et de montrer l'effet du mode de chauffage sur les propriétés structurales des pectines extraites, les échantillons ont été analysés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) et comparés à la pectine commerciale (Pectine Citrus ou P). Les spectres FT-IR des pectines étudiées sont présentés dans la Figure 34. On a constaté que les spectres de pectines extraites présentaient des similitudes dans leurs modèles d'absorption avec ceux de la pectine commerciale. Les spectres FT-IR dans la plage de longueur d'onde de  $950$  à  $1200 \text{ cm}^{-1}$  sont considérés comme la région de l'empreinte digitale des carbohydrates, car ils permettent l'identification de groupes chimiques majeurs dans les polysaccharides (Cerna *et al.*, 2003). Les similitudes des spectres de pectine extraites avec celles de la pectine commerciale dans la région de l'expression «empreinte digitale» suggèrent que l'extrait est un produit efficace cela est constaté pour la pectine extraite précipitée par l'éthanol non acidulé (PE) comparée à la pectine commerciale de citron (P). L'analyse des spectres des deux pectines montre clairement que le type de chauffage n'a pas d'effet significatif sur les propriétés structurales de la pectine extraite. Tous les spectres étaient similaires, montrant des bandes caractéristiques à  $3440 \text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations (O-H); à  $2930 \text{ cm}^{-1}$  vibration (C-H);  $1740 \text{ cm}^{-1}$  c'est la fréquence de vibration du groupement (C=O) COOMe;  $1640 \text{ cm}^{-1}$  est la fréquence asymétrique des groupements carboxyliques (COO) ; à  $1435 \text{ cm}^{-1}$  vibration symétrique (COO);  $1240 \text{ cm}^{-1}$  vibration symétrique de OH;  $1145 \text{ cm}^{-1}$  est la vibration COC cyclique glycosidique ;  $1100 \text{ cm}^{-1}$  vibration (C-C) Zouambia *et al.*, 2014. Faravash *et al.*, 2007 ont mentionné que les vibrations caractéristiques de la liaison ester méthylique se situent dans l'intervalle des fréquences allant de  $1760 \text{ cm}^{-1}$  à  $1745 \text{ cm}^{-1}$  (C=O) estérifié et l'intervalle de  $1640 \text{ cm}^{-1}$  à  $1620 \text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration d'extension asymétrique du groupement (COO).

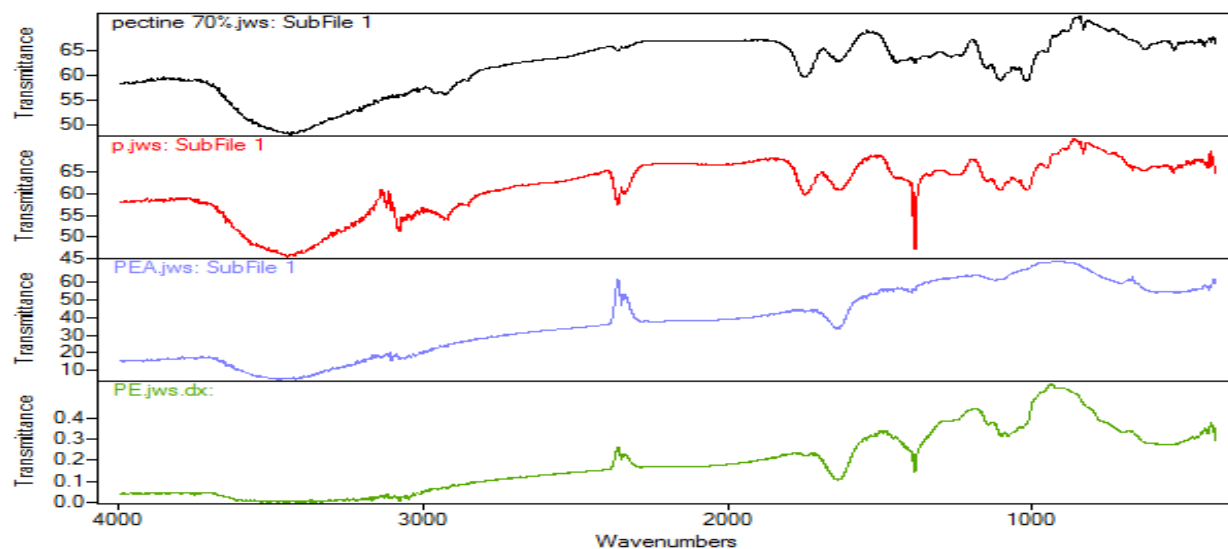


Figure 34: Spectroscopie infrarouge de différentes pectines extraites.

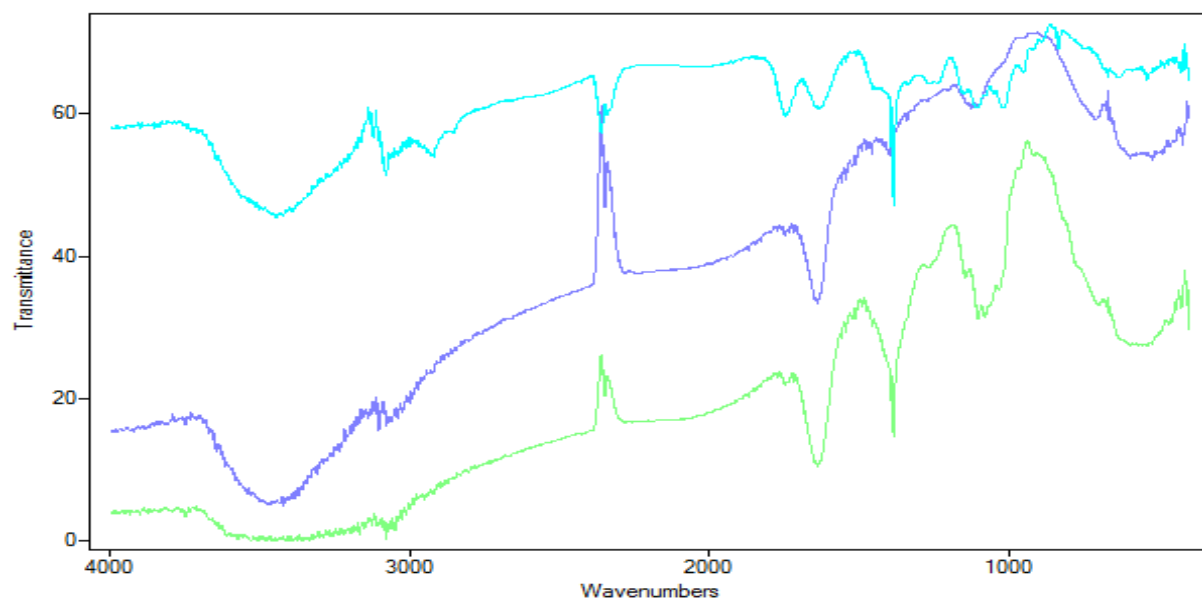


Figure 35 : la Spectroscopie infrarouge des deux pectines extraites

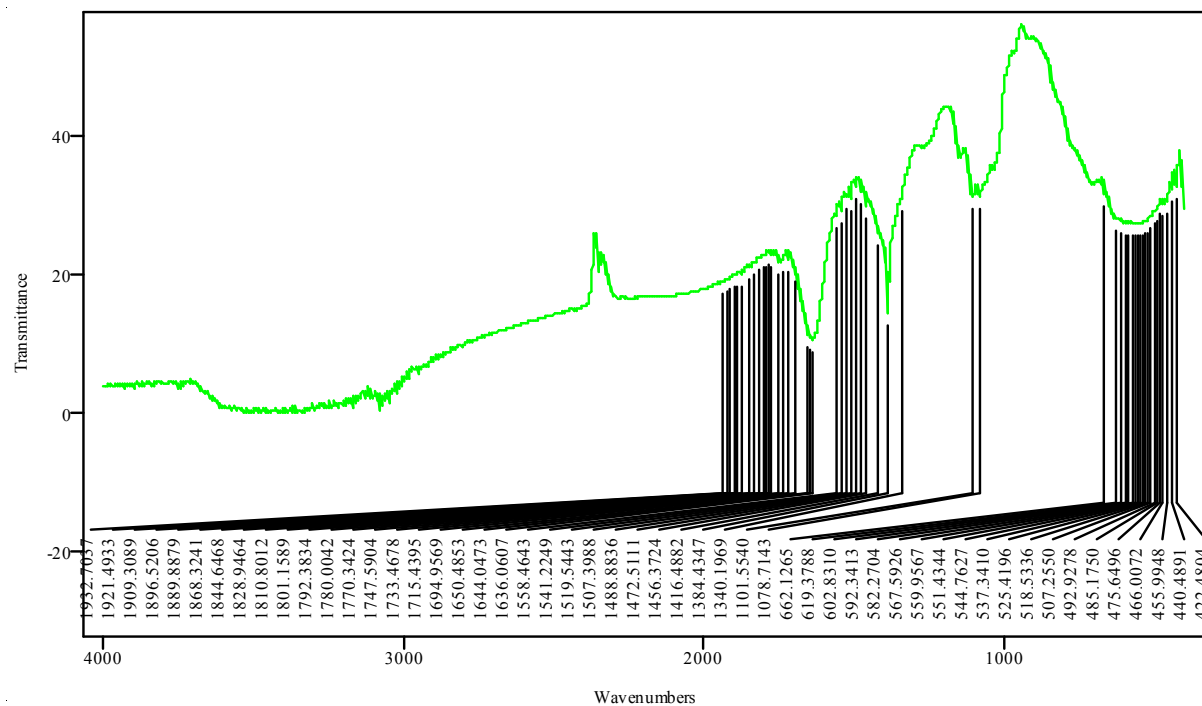


Figure 36 : les pics de la pectine précipitée par l'éthanol non acidulé

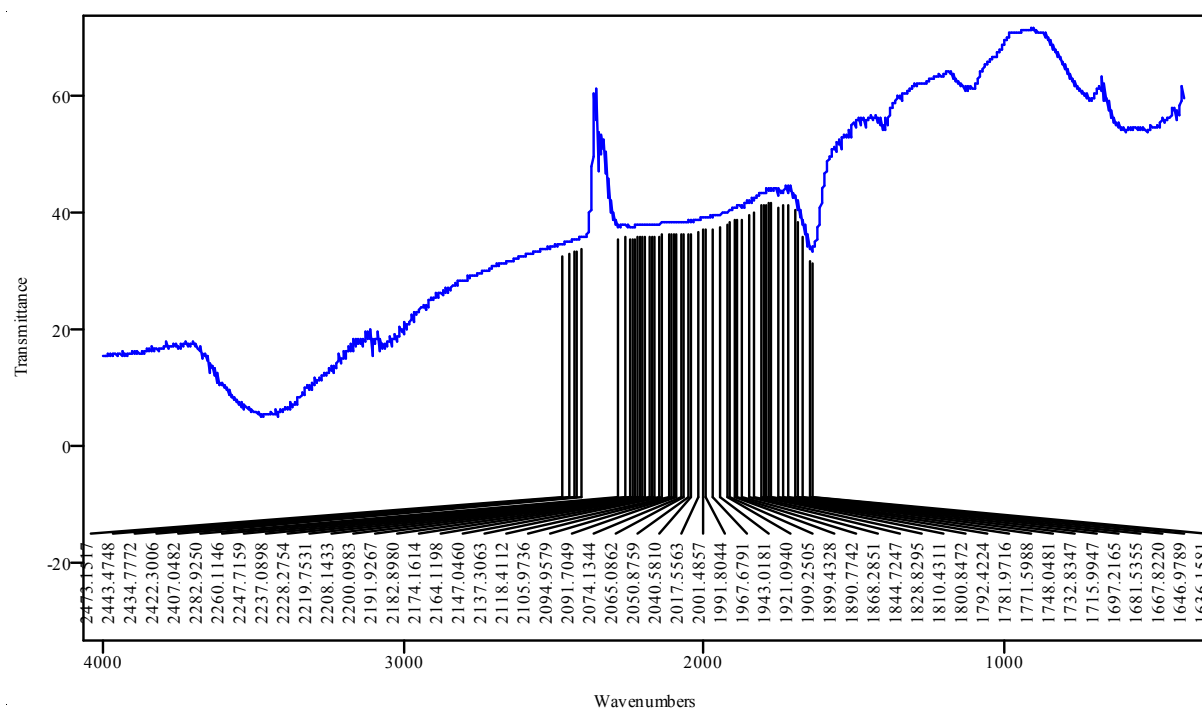


Figure 37: les pics de la pectine précipitée par l'éthanol acidulé

#### 4. Détermination des caractéristiques physicochimiques de la boisson supplémentée de pectine :

Tableau 5 : Les caractéristiques de la boisson

Pectine ajoutée (g)	0,8	1	1,2
Viscosité mPa/s	19±4,5%	19,4±5,4%	19,7±4,5%
° Brix	10,6	10,7	10,9
PH	3,39	3,42	3,41
Densité	1,04	1,23	1,54

D'après le tableau on remarque que :

- La viscosité augmente de **0,4mPa** avec l'augmentation de la dose de pectine ajoutée,
- Augmentation de la densité d'une valeur de **0,20**
- Augmentation de °Brix
- Le PH reste stable.

#### 5. Aspect rhéologique de la boisson obtenue

Sous l'action d'une contrainte les matériaux se déforment, dans ce modèle on applique une contrainte sur le fluide en mouvement à une vitesse fixe et on mesure le taux de cisaillement: on déduit le coefficient de proportionnalité  $\mu$  qui est une propriété matérielle du fluide que l'on appelle viscosité dynamique. Elle s'exprime en Pa. s<sup>-1</sup>, dans les gels cette viscosité varie de 10 à 100 Pa.s<sup>-1</sup>. (Poncet; 2013)

En général, la contrainte de cisaillement est liée au taux de cisaillement par la formule suivante:

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

$\tau$  : est la Contrainte appliquée ;

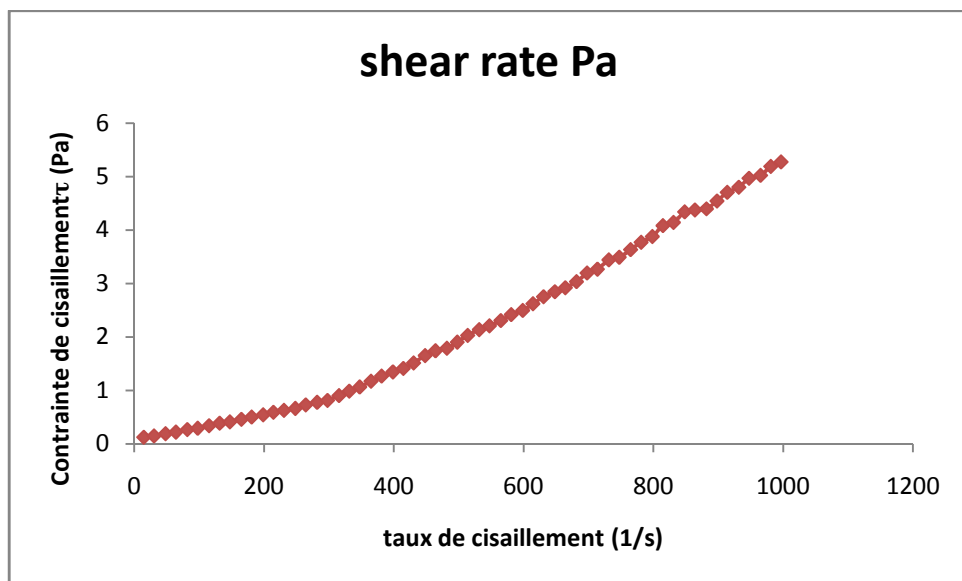
$\eta$  : viscosité dynamique ;

$\dot{\gamma}$  : Taux de cisaillement

Dans le cas des fluides newtoniens  $\eta$  est constante, par contre pour les fluides non newtoniens  $\eta$  n'est pas constante, elle dépend du taux de cisaillement elle est appelée viscosité apparente  $\eta_{app}$ .

$$\mu_{app} = K\gamma^n$$

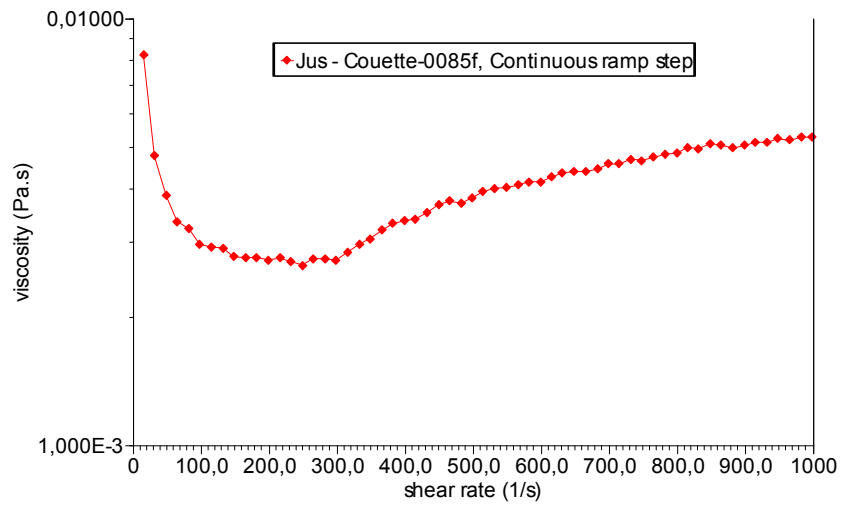
L'équation ci dessus est l'équation constitutive de fluide dite de type loi de puissance d'ostwald-de waehl; on définit K comme la constante de consistance ( $\text{Pa} \cdot \text{s}^n$ ) et n est l'indice d'écoulement ou de comportement. D'après le graphe de la figure 38, la variation de la contrainte en fonction du taux de cisaillement est constante entre 100 et 200  $\text{s}^{-1}$ , puis elle évolue d'une manière non linéaire à partir de 200 jusqu'à 1000 $\text{s}^{-1}$ . la courbe obtenue indique que **le fluide est visqueux non linéaire**, l'allure de la courbe montre que le jus appartient aux fluides **dilatant ou rhéoépaississant**.



**Figure 38** : la courbe de la contrainte en fonction du temps de cisaillement de la boisson

Effectivement dans la **figure 39** la viscosité apparente diminue avec l'augmentation du cisaillement entre 0 et 100  $\text{s}^{-1}$  et augmente de 200 à 100  $\text{s}^{-1}$ , dans cette zone ou  $n < 1$  le fluide se comporte comme un fluide **pseudoplastique ou rhéofluidisant**. Dans la zone ou  $n > 1$  le fluide est dit **dilatant ou rhéoépaississant**. Pour cela on peut estimer que le comportement du fluide suit le modèle de sisko :

$$\mu_{app} = K\gamma^n$$



**Figure 39:** Variation de la viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement de la boisson

CONCLUSION

### Conclusion

D'après le travail réalisé on a conclu que les sous- produits des industries de transformation des fruits présentent une valeur ajoutée incontournable, en particulier les polysaccharides de la paroi végétale notamment les substances pectiques extraites des écorces d'oranges.

Dans les conditions d'extraction appliquées de pH, température et de temps et vitesse d'agitation, nous avons pu obtenir un rendement moyen en substances pectiques. Le degré d'estérification de cette dernière a été influencé par le pH de l'éthanol utilisé pour sa précipitation.

La caractérisation physico chimique partielle de la pectine nous a permis d'évaluer son poids moléculaire viscosimétrique moyen ( $M_v$ ) qui était de l'ordre de **30033,91Da** et un taux d'acide galacturonique de **69%**. L'analyse spectrophotométrique à transformée de fourrier dans le proche et moyen infrarouge, nous a permis de comparer la pectine obtenue à celle commerciale, cette comparaison nous a révélé une ressemblance des spectre dans le domaine caractéristique des polysaccharides, en outre cette technique nous a permis d'identifier des pics caractéristiques des liaisons ester méthyliques d'une intensité faible.

La pectine obtenue a été bien appliquée comme texturant à la boisson *Hmoud Boualem* dont l'analyse rhéologique a montré que la boisson appartient aux fluides non newtoniens. les valeurs du pH, la densité et le brix ainsi que la viscosité dynamique de la boisson sont restées stables après deux mois de son élaboration.

Les résultats obtenus ont montrés que les pectines d'oranges ont un pouvoir texturant important.

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

# Références Bibliographiques

**Benchabane A. (1984).** Extraction et appréciation des substances pectiques à partir des résidus de fabrication de jus d'orange et de pomélo. *Thèse de magister de l'institut national agronomique.*

**C. Renard 2010.** Les pectines en tant qu'additif: source et méthodes d'extraction, propriétés et réactivité. INRA.

**Cerna M., Barros A.S., Nunes A., Rocha S.M., Delgadillo I., Copikova J., Coimbra M.A., 2003.** Use of FT-IR spectroscopy as a tool for the analysis of polysaccharide food additives. *Carbohydr. Polym.* 19, 793–801.

**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.

**Donato L., (2004).** Gélification et séparation de phase dans les mélanges protéines globulaires/pectines faiblement méthylées selon les conditions ioniques. Thèse Doctorat de l'École Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires

**El-Sheekh, M. M., A.-m. S. Ismail, et al. (2009).** "Effective technological pectinases by *Aspergillus carneus* NRC1 utilizing the Egyptian orange juice industry scraps." *International Biodeterioration & Biodegradation* 63(1): 12-18.

**Ghanem N., Kammoun A., Mihoubi D., Kechoua N., Boudhrioua N., (2010).** Impact du séchage par IR sur les propriétés techno-fonctionnelles des écorces d'agrumes Maltaise. École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, BP 1173, 3038, Sfax\_ Tunisie.

**Glicksman, M. (1969):** Gum Technology in the Food Industry, Academic Press, New York and London,. XIII, 590 S., 8°, mit zahlreichen Abb. und Tab., Ganzleinen.

**Ho,Y.C., Norli, I., Alkarkhi, A.F.M., Morad, N., 2010.** Character- ization of biopolymeric flocculant (pectin) and organic synthetic flocculant (PAM): a comparative study on treatment and optimi- zation in kaolin suspension. *Bioresour. Technol.* 101, 1166–1174.

**Jackson C.L. et al., 2007.** Pectin induces apoptosis in human prostate cancer cells: correlation of apoptotic function with pectin structure. *Glycobiology*, 17(8), 805-819.

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

**Kratchanova M., Pavlova E. & Panchev I., (2004).** The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue quality of extracted pectin. *Carbohydrate polymers*, 56 (2) : 181-185.

**M. Vijayalakshami 1980.** Chromatographie d'affinité et interaction moléculaire. application aux enzymes pectinolytiques pour la clarification de jus de fruit avec un réacteur d'enzymes immobilisée.

**Manfred M. & Nicole M., (2002).** Précis des risques alimentaires. Partie II : lexique. Technique et documentation (Ed). Paris, 321p

**Mc Cready R.M. (1970).** Pectin, methods in food analysis. Joslyn M.A (2Ed). Academic press. New York and London, pp 565-599.

**OTHMEN K., (1967).** ENEYEL - Pectic substances. - Chem. Technol., 14, p. **636-651**

**Owens, H.S., Lotzhar ,H,Schultz, T.U. et Maclay ,W.D., (1964) :** shape and size of pectinic acid molecule from viscosimetric measurements. *J.Amer. Chem. Soc.*, 68, 1628-1632.

**Olano-Martin E., Williams M.R., Gibson G.R. et Rastall R.A., 2003.** Pectins and pectic-oligosaccharides inhibit *Escherichia coli* O157:H7 shiga toxin as directed towards the human colonic cell line HT29. *FEMS Microbiol. Lett.*, 218, 101-105.

**Olano-Martin E., Gibson G.R. & Rastall R.A., (2002).** Comparison of the *in vitro* bifidogenic properties of pectins and pectic-oligosaccharides. *J. Appl. Microbiol.*, 93, 505-511.

**Pierre BRAT et Bernard CUQ. 2007:** Transformation et conservation des fruits - Perte de la structure initiale. Techniques de l'Ingénieur. f 6273 -10.

**PILNIK W., VORAGEN A.G.J ., (1979).** The biochemistry of fruits and their products. - HULME (A.C.) ed., Academic Press, London, 1, p. 53.

**Pagan, J., Ibarz, A., Llorca, M., Pagan, A., Barbosas-Canovas, G.V. (2001).** Extraction and Characterization of pectin from stored peach pomace. *Food Research international*, 34, 605-612.

**Ridley B.L., O'Neill M.A. & Mohnen D., 2001.** Pectins: structure, biosynthesis, and oligogalacturonide-related signaling. *Phytochemistry*, 57, 929-967.

**Sakai T., Sakamoto T., Hallaert J. et Vandamme E.J., 1993.** Pectin, pectinase and protopectinase: production, properties and applications. *Adv. Appl. Microbiol.*, 39, 213-279.

**S. Poncet (2012).** Module de mécanique des fluides – Semestre 4, Groupe MECAFLU-GTE-2A sur l'ENT, IUT Génie Thermique et Energie – Marseille

**Thibut M.J.F. (1983).** Etude structural de substances pectiques à l'aide d'une endopolygalacturonase *d'aspergillus niger* : purification, propriétés et possibilités d'utilisation de cette enzyme.

**Teiko M. Johnson(2001).** La production de jus d'agrumes et l'application des Technologies au marché des agrumes frais. Symposium sur les agrumes Chine/FAO.

**Willats W.G.T., Knox J.P. et Mikkelsen J.D., 2006.** Pectin: new insights into an old polymer are starting to gel. *Trends Food Sci. Technol.*, 17, 97-104.

**Y. Zouambia , K. Youcef Ettoumi, M. Krea, N. Moulai-Mostefa (2014).** A new approach for pectin extraction: Electromagnetic induction heating. *Arabian Journal of Chemistry* (2017) 10, 480–487.

[http://www.spectrosciences.com/article.php3?id\\_article=51](http://www.spectrosciences.com/article.php3?id_article=51): consulter le 17/02/2008

[https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89ther\\_de\\_cellulose](https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89ther_de_cellulose)

[https://en.wikipedia.org/wiki/Carboxymethyl\\_cellulose](https://en.wikipedia.org/wiki/Carboxymethyl_cellulose)

# ANNEXES

## 1. Préparation des solutions :

<b>solution</b>	<b>Méthode de préparation</b>
<b>NaOH (0,1N)</b>	0,4g dans une fiole jaugée (100ml) complété avec l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge.
<b>NaOH (0,5N)</b>	2g de NaOH dans un 100 ml d'eau distillée
<b>Acide galacturonique</b>	0,1g d'acide galacturonique dilué dans un minimum de solution de NaOH et complété avec l'eau distillé jusqu' 100 ml.
<b>MDHP</b>	0,15g de MDHP dilué dans 100ml de la solution NaOH (0,1N).
<b>HCl (0,05M) à partir de HCl 35%</b>	2,19ml d'HCl dans un 500ml de l'eau distillée
<b>HCl (0,5M) à partir de HCl 35%</b>	4,38ml de solution de HCl ( densité 1,19g/ml et de 35% de pureté), dans 100ml d'eau distillée.
<b>Solution pectique (1%)</b>	1g de pectine dans 100ml d'eau distillée.
<b>NaCl (0,15M)</b>	0,27g de NaCl dans 100 ml d'eau distillée.
<b>EDTA (0,005M)</b>	0,05g d'EDTA dans 30ml d'eau distillée.
<b>Phénol 5%</b>	5g de phénol dans 100ml d'eau distillée.

## 2. Dosage d'acide galacturonique :

### Préparation de gamme étalon

- On ajoute dans un tube essai 1ml de la solution fille d'acide galacturonique, puis on ajoute respectivement 6ml d'acide sulfurique sur les parois des tubes, une chaleur intense se dégage;
- Le milieu est agité au vortex puis maintenu 5 minutes à 80°C dans un bain marie pour plus de reproductibilité ;
- les tubes sont rapidement refroidis dans un bain glacé, et 0.1 ml de MDHP sont ajoutés dans chaque tube qui sont agités au vortex ;
- Après 30 minutes de refroidissement à l'obscurité la DO à 525nm est lue.

Les résultats obtenus d'acide galacturonique est représenté dans le **tableau 1**.

**Tableau 1** : la densité optique à différentes concentrations d'acide galacturonique.

Concentration d'AG( $\mu\text{g/ml}$ )	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
DO (nm)	0	0,548	0,556	0,793	0,996	1,682

### 3. Dosage des oses neutres :

#### Préparation de la gamme étalon

**Solution mère** : 0,1g de sucre (mannose et xylose) dans 100ml d'eau distillée.

**Solution fille** : 1ml de solution mère complétée avec l'eau distillée jusqu'à 100ml.

La gamme est préparée par le mannose et la xylose est représentée dans **les tableaux 2 et 3**.

**Tableau 2** : la DO dans différente concentration de xylose

Concentration de xylose ( $\mu\text{g/ml}$ )	0	0,2	0,4	0,6	0,8
DO (nm)	0	0,124	0,138	0,188	0,312

**Tableau 3**: la DO dans différente concentration de mannose

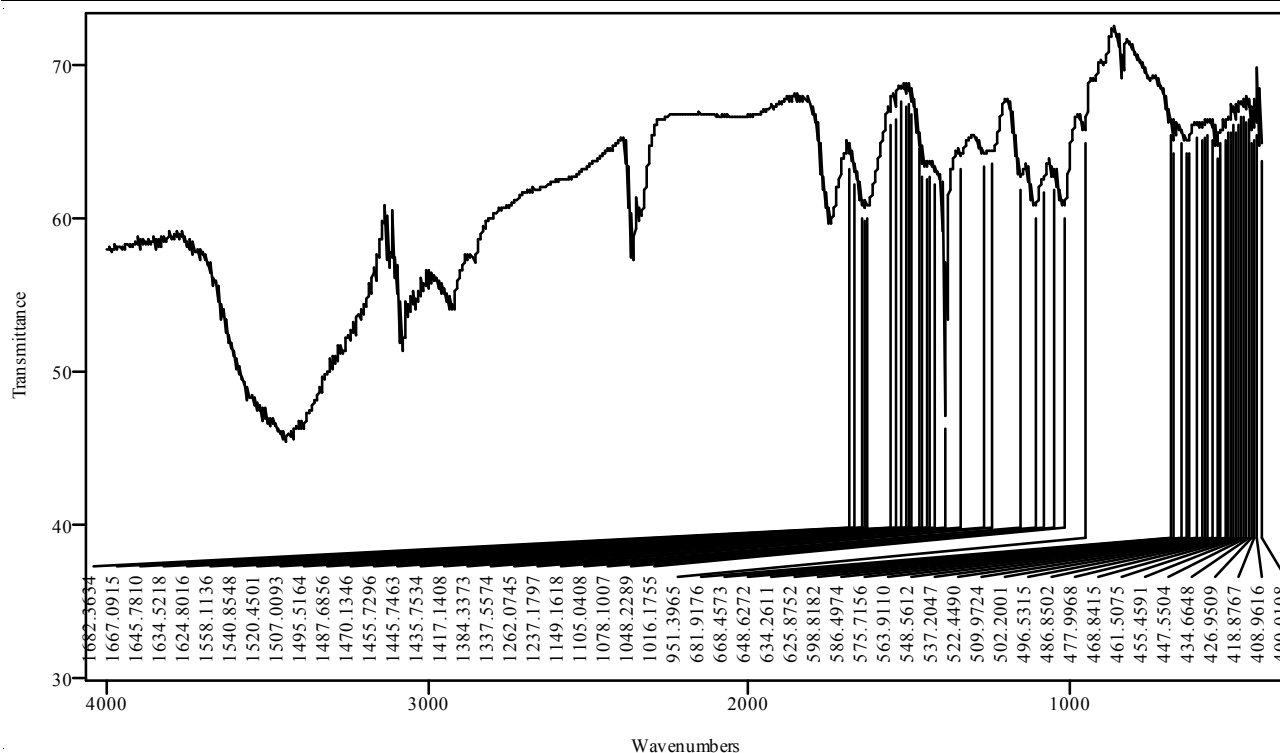
Concentration de mannose ( $\mu\text{g/ml}$ )	0	0,2	0,4	0,6	0,8
DO (nm)	0	0,18	0,188	0,469	0,743

#### 4. Determination des picks et integral

- Picks de la pectine extraite

#### Peak Pick Results

Sample Filename	p.jws
File Title	SubFile 1
Date	Wed May 17 15:51:17 2017



p.jws: SubFile 1

Filename	Peak At	Peak Height
p.jws	3990.1442	57.8730
p.jws	3971.0933	58.0192
p.jws	3962.1814	58.1534
p.jws	3951.2827	57.9682
p.jws	3943.9779	58.2996
p.jws	3938.1340	58.3578
p.jws	3929.5923	58.1333
p.jws	3922.3167	58.2352
p.jws	3913.9892	58.3414

---

p.jws	3899.7205	57.9995
p.jws	3888.8218	58.3672
p.jws	3880.2411	58.3275
p.jws	3869.3423	58.3256
p.jws	3867.1411	58.3242
p.jws	3851.1582	57.9752
p.jws	3836.7532	58.2030
p.jws	3821.4813	58.4950
p.jws	3814.7511	58.6149
p.jws	3803.6186	58.7165
p.jws	3794.1711	58.5877
p.jws	3778.2076	58.6201
p.jws	3764.0461	58.7328
p.jws	3755.7186	58.4244
p.jws	3747.7320	58.0469
p.jws	3734.2717	57.5626
p.jws	3727.0643	57.7325
p.jws	3718.3667	57.7758
p.jws	3709.6302	57.2942
p.jws	3699.0626	57.5906
p.jws	3684.6380	56.9882
p.jws	3671.9082	55.6444
p.jws	3663.0353	55.8524
p.jws	3646.9940	53.4162
p.jws	3624.5049	52.1985
p.jws	3617.4241	51.7578
p.jws	3609.0382	51.4054
p.jws	3594.4189	50.1303
p.jws	3564.6445	48.1921
p.jws	3558.1092	48.3191
p.jws	3552.0900	48.3418
p.jws	3543.1782	47.8431
p.jws	3533.8475	47.5182
p.jws	3522.3741	47.4332

---

p.jws	3513.9882	46.8263
p.jws	3500.9077	46.5136
p.jws	3490.1648	46.4790
p.jws	3476.7434	46.3526
p.jws	3469.1659	46.1779
p.jws	3460.7021	45.8550
p.jws	3446.5308	45.4123
p.jws	3434.9600	45.8940
p.jws	3423.0580	45.5874
p.jws	3409.3250	46.2731
p.jws	3392.4948	46.1766
p.jws	3368.9831	47.3039
p.jws	3361.2887	47.6261
p.jws	3347.8089	48.1575
p.jws	3332.5954	48.7105
p.jws	3321.1415	49.5172
p.jws	3299.7920	50.2414
p.jws	3288.2602	50.5712
p.jws	3271.5760	51.1178
p.jws	3260.3558	51.4051
p.jws	3251.0544	52.1421
p.jws	3243.3405	51.9606
p.jws	3228.2829	52.3954
p.jws	3217.4036	53.7087
p.jws	3210.1183	53.3445
p.jws	3199.3754	53.6770
p.jws	3191.7978	54.5981
p.jws	3176.2143	55.1237
p.jws	3169.0945	56.7226
p.jws	3162.7929	56.0139
p.jws	3155.1959	57.4238
p.jws	3147.4821	58.6334
p.jws	3133.1549	59.7294
p.jws	3122.4120	56.7349

---

p.jws	3117.5324	57.7589
p.jws	3106.5947	56.1643
p.jws	3086.5406	51.9052
p.jws	3077.6482	51.4337
p.jws	3065.9800	53.6096
p.jws	3055.4319	53.8668
p.jws	3045.7506	54.3781
p.jws	3037.0335	54.0442
p.jws	3027.8197	54.7810
p.jws	3013.4147	55.2568
p.jws	3001.2789	55.4238
p.jws	2989.3673	55.7325
p.jws	2979.6860	56.0045
p.jws	2967.1899	55.3472
p.jws	2957.4307	55.1105
p.jws	2940.9413	54.6245
p.jws	2930.1205	54.0226
p.jws	2920.2639	54.0126
p.jws	2895.9145	56.7020
p.jws	2879.0356	57.3540
p.jws	2866.5395	57.4377
p.jws	2853.1376	57.2144
p.jws	2824.6197	59.3938
p.jws	2812.8541	59.9350
p.jws	2798.1763	60.0181
p.jws	2786.3718	60.2854
p.jws	2774.3042	60.4816
p.jws	2757.0065	60.6897
p.jws	2748.1725	60.6387
p.jws	2740.2833	60.9222
p.jws	2707.8306	61.5166
p.jws	2699.0356	61.6865
p.jws	2690.2601	61.7300
p.jws	2679.0010	61.7740

---

p.jws	2668.3944	61.8699
p.jws	2656.6288	61.8626
p.jws	2646.0612	62.0189
p.jws	2639.1168	62.1051
p.jws	2622.4910	62.2346
p.jws	2606.5081	62.4086
p.jws	2594.8204	62.4208
p.jws	2585.6943	62.4961
p.jws	2569.0199	62.5521
p.jws	2561.2476	62.5957
p.jws	2553.9136	62.6509
p.jws	2544.6803	62.7740
p.jws	2495.8356	63.4588
p.jws	2427.9301	64.4236
p.jws	2393.5294	65.3082
p.jws	2360.5117	57.3842
p.jws	2341.1686	59.8328
p.jws	2273.6333	66.4436
p.jws	2263.4358	66.5290
p.jws	2240.7909	66.7951
p.jws	2230.9928	66.7933
p.jws	2223.6880	66.8190
p.jws	2216.5877	66.8325
p.jws	2204.1501	66.8088
p.jws	2194.8584	66.8501
p.jws	2187.0860	66.8384
p.jws	2179.8884	66.8338
p.jws	2172.2719	66.8059
p.jws	2164.9671	66.8200
p.jws	2149.3835	66.8221
p.jws	2139.8191	66.8682
p.jws	2131.5793	66.8618
p.jws	2120.2423	66.8202
p.jws	2112.8011	66.8067

---

p.jws	2090.1952	66.6733
p.jws	2078.4880	66.7197
p.jws	2065.0472	66.6898
p.jws	2055.7750	66.5919
p.jws	2039.0713	66.6149
p.jws	2029.9744	66.5769
p.jws	2017.2056	66.5841
p.jws	2008.5860	66.6904
p.jws	2000.2001	66.7225
p.jws	1989.2429	66.6796
p.jws	1976.5715	66.8307
p.jws	1965.7896	66.7657
p.jws	1954.7058	66.9668
p.jws	1942.8233	67.0542
p.jws	1936.2685	67.1829
p.jws	1922.7692	67.1841
p.jws	1916.3312	67.3659
p.jws	1907.3415	67.4888
p.jws	1895.5369	67.5648
p.jws	1881.8039	67.8613
p.jws	1867.3209	67.6649
p.jws	1859.2661	68.0372
p.jws	1852.3607	68.1437
p.jws	1843.6047	67.6852
p.jws	1829.1996	67.6923
p.jws	1823.1999	67.8314
p.jws	1808.7949	67.5204
p.jws	1789.6076	66.3129
p.jws	1747.1618	59.6457
p.jws	1717.2901	62.1250
p.jws	1698.6190	64.2235
p.jws	1682.3634	64.1905
p.jws	1667.0915	63.1058
p.jws	1645.7810	60.8964

---

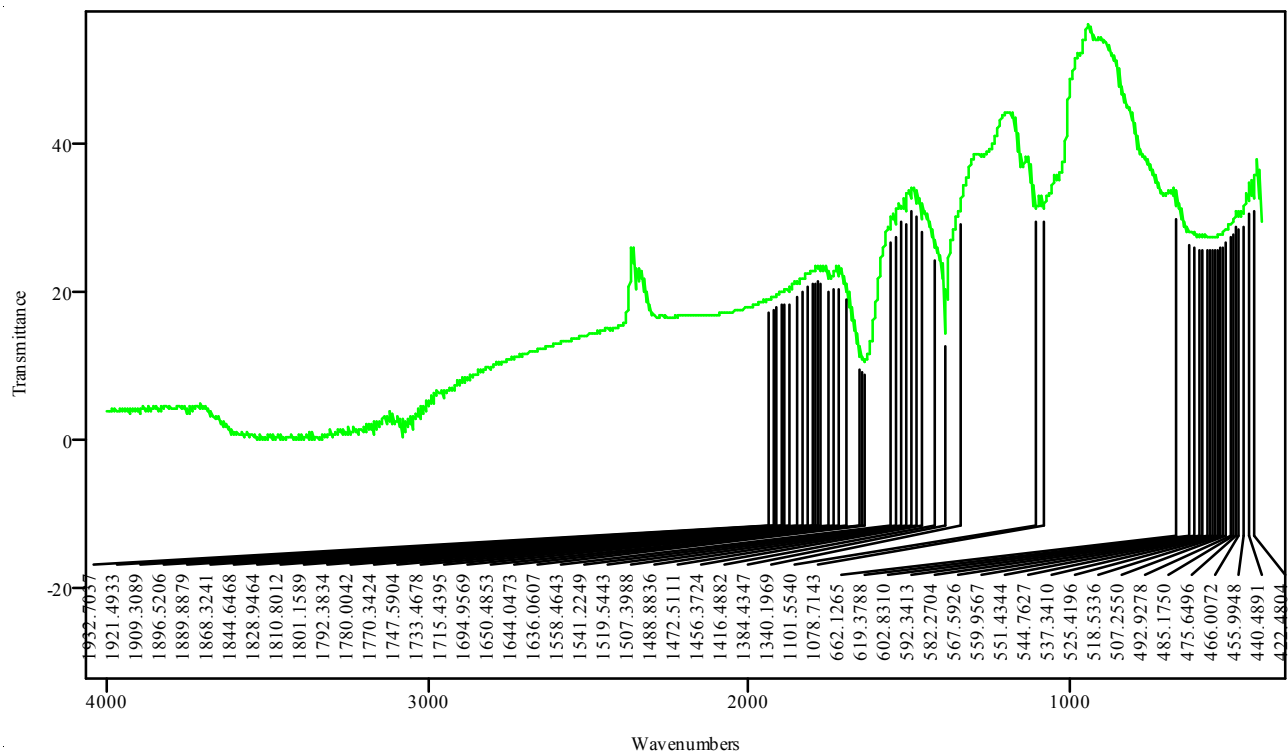
p.jws	1634.5218	60.7483
p.jws	1624.8016	60.9039
p.jws	1558.1136	66.9300
p.jws	1540.8548	67.3884
p.jws	1520.4501	68.4683
p.jws	1507.0093	68.1632
p.jws	1495.5164	68.4297
p.jws	1487.6856	67.7240
p.jws	1470.1346	65.5519
p.jws	1455.7296	63.5657
p.jws	1445.7463	63.5087
p.jws	1435.7534	63.5503
p.jws	1417.1408	63.0440
p.jws	1384.3373	47.0326
p.jws	1337.5574	64.0532
p.jws	1262.0745	64.2306
p.jws	1237.1797	64.3796
p.jws	1149.1618	62.7828
p.jws	1105.0408	60.8363
p.jws	1078.1007	62.5573
p.jws	1048.2289	62.7640
p.jws	1016.1755	60.8237
p.jws	951.3965	65.8367
p.jws	681.9176	66.2881
p.jws	668.4573	65.1441
p.jws	648.6272	65.7317
p.jws	634.2611	65.1797
p.jws	625.8752	65.1806
p.jws	598.8182	66.1877
p.jws	586.4974	66.0193
p.jws	575.7156	66.1298
p.jws	563.9110	66.2703
p.jws	548.5612	66.0297
p.jws	537.2047	64.8163

p.jws	522.4490	65.7905
p.jws	509.9724	65.9914
p.jws	502.2001	66.5656
p.jws	496.5315	66.5029
p.jws	486.8502	66.9598
p.jws	477.9968	66.4489
p.jws	468.8415	66.9361
p.jws	461.5075	67.5386
p.jws	455.4591	67.4551
p.jws	447.5504	67.0838
p.jws	434.6648	67.3157
p.jws	426.9509	65.7844
p.jws	418.8767	65.8977
p.jws	408.9616	66.3007
p.jws	400.0108	64.6954

- Picks de la pectine commerciale

## Peak Pick Results

Sample Filename	PE_trn.spc
File Title	pectine
Date	Wed May 17 15:37:23 2017



PE\_trn.spc: pectine

Filename	Peak At	Peak Height
PE_trn.spc	3997.7802	3.7685
PE_trn.spc	3990.8942	3.8750
PE_trn.spc	3980.4629	3.8498
PE_trn.spc	3970.9374	3.8750
PE_trn.spc	3960.3504	4.1849
PE_trn.spc	3951.1853	3.7665
PE_trn.spc	3941.9715	4.0735
PE_trn.spc	3933.2155	3.6584
PE_trn.spc	3923.1835	4.0320
PE_trn.spc	3917.9241	3.9303

---

PE_trn.spc	3909.8206	4.0262
PE_trn.spc	3901.5906	3.6378
PE_trn.spc	3883.6500	4.1685
PE_trn.spc	3877.0951	3.8947
PE_trn.spc	3866.1964	3.9833
PE_trn.spc	3849.8628	4.2324
PE_trn.spc	3842.3827	4.1288
PE_trn.spc	3836.5194	3.9631
PE_trn.spc	3825.9323	4.2775
PE_trn.spc	3816.2510	4.4346
PE_trn.spc	3803.0439	4.1652
PE_trn.spc	3794.2490	4.0720
PE_trn.spc	3785.8825	4.2836
PE_trn.spc	3776.2986	4.4353
PE_trn.spc	3766.4615	4.0491
PE_trn.spc	3755.7381	4.1489
PE_trn.spc	3749.3196	3.3364
PE_trn.spc	3733.7165	4.0050
PE_trn.spc	3718.1135	4.4081
PE_trn.spc	3707.6822	4.1379
PE_trn.spc	3700.7962	4.3408
PE_trn.spc	3690.9202	4.0360
PE_trn.spc	3681.5505	3.7388
PE_trn.spc	3673.8951	3.1134
PE_trn.spc	3667.7785	2.9751
PE_trn.spc	3662.4412	2.9235
PE_trn.spc	3654.3572	2.6322
PE_trn.spc	3647.8218	2.2065
PE_trn.spc	3633.4557	1.6444
PE_trn.spc	3612.0283	0.5971
PE_trn.spc	3593.0748	0.6110
PE_trn.spc	3584.8934	0.5528
PE_trn.spc	3574.5011	0.2212
PE_trn.spc	3565.0146	0.8140

---

PE_trn.spc	3556.2002	0.4047
PE_trn.spc	3547.4442	0.6450
PE_trn.spc	3518.5756	0.3059
PE_trn.spc	3512.4980	0.0215
PE_trn.spc	3504.3264	0.0786
PE_trn.spc	3493.7003	0.2007
PE_trn.spc	3478.0194	0.0047
PE_trn.spc	3467.4323	0.2889
PE_trn.spc	3445.0017	0.0417
PE_trn.spc	3437.3462	0.2835
PE_trn.spc	3429.5544	0.2571
PE_trn.spc	3401.5527	0.0175
PE_trn.spc	3382.5797	0.1914
PE_trn.spc	3373.8042	0.0485
PE_trn.spc	3354.9091	0.0407
PE_trn.spc	3344.1273	0.2677
PE_trn.spc	3334.2317	-0.0002
PE_trn.spc	3319.9240	0.1981
PE_trn.spc	3311.1485	0.5340
PE_trn.spc	3299.5193	0.4331
PE_trn.spc	3286.2343	0.5095
PE_trn.spc	3274.3908	0.9154
PE_trn.spc	3263.0732	0.5622
PE_trn.spc	3254.1808	0.6823
PE_trn.spc	3242.6879	0.8224
PE_trn.spc	3235.1299	0.9274
PE_trn.spc	3226.5687	1.0644
PE_trn.spc	3219.3905	0.8002
PE_trn.spc	3206.9139	1.4482
PE_trn.spc	3197.0963	0.9467
PE_trn.spc	3184.7171	1.3544
PE_trn.spc	3176.1169	1.2683
PE_trn.spc	3166.8447	0.7340
PE_trn.spc	3150.8715	1.6144

---

PE_trn.spc	3133.7490	3.0123
PE_trn.spc	3125.0320	2.0945
PE_trn.spc	3111.5132	2.0691
PE_trn.spc	3104.4714	2.0153
PE_trn.spc	3087.8165	1.6539
PE_trn.spc	3077.4924	0.2603
PE_trn.spc	3061.6458	1.6051
PE_trn.spc	3048.1076	1.3671
PE_trn.spc	3037.2673	2.7564
PE_trn.spc	3026.6996	2.9317
PE_trn.spc	3011.5251	3.6147
PE_trn.spc	2997.4610	4.5111
PE_trn.spc	2982.7150	5.0449
PE_trn.spc	2973.7252	6.0161
PE_trn.spc	2968.8651	6.1928
PE_trn.spc	2961.2097	6.1674
PE_trn.spc	2951.3726	5.7693
PE_trn.spc	2940.7076	6.2306
PE_trn.spc	2926.6531	6.6099
PE_trn.spc	2919.7477	6.5683
PE_trn.spc	2899.8494	7.4396
PE_trn.spc	2890.5674	7.6552
PE_trn.spc	2874.2144	8.1420
PE_trn.spc	2862.0495	8.5845
PE_trn.spc	2851.5208	8.6710
PE_trn.spc	2831.9245	9.2065
PE_trn.spc	2804.0786	9.5512
PE_trn.spc	2787.6282	10.1151
PE_trn.spc	2774.8399	10.2479
PE_trn.spc	2766.4735	10.5338
PE_trn.spc	2757.6980	10.6216
PE_trn.spc	2742.9618	10.8326
PE_trn.spc	2732.5695	10.8871
PE_trn.spc	2722.9661	11.1054

---

PE_trn.spc	2710.6648	11.2415
PE_trn.spc	2700.0972	11.4321
PE_trn.spc	2689.5880	11.5797
PE_trn.spc	2676.8777	11.8568
PE_trn.spc	2666.1932	11.8269
PE_trn.spc	2649.5480	12.2537
PE_trn.spc	2633.3508	12.4528
PE_trn.spc	2621.8190	12.5900
PE_trn.spc	2614.2804	12.7948
PE_trn.spc	2593.7588	13.0121
PE_trn.spc	2578.6622	13.2034
PE_trn.spc	2570.4029	13.2867
PE_trn.spc	2560.4197	13.4439
PE_trn.spc	2533.0121	13.7594
PE_trn.spc	2519.9414	13.9740
PE_trn.spc	2512.8801	14.0365
PE_trn.spc	2491.5306	14.3092
PE_trn.spc	2467.7169	14.5597
PE_trn.spc	2453.6528	14.7865
PE_trn.spc	2437.7868	14.9570
PE_trn.spc	2426.0406	14.9404
PE_trn.spc	2407.9150	15.2846
PE_trn.spc	2392.1366	15.4989
PE_trn.spc	2348.5903	20.3434
PE_trn.spc	2282.9250	16.4941
PE_trn.spc	2254.5824	16.6433
PE_trn.spc	2245.4757	16.6520
PE_trn.spc	2235.2198	16.6692
PE_trn.spc	2220.8342	16.7027
PE_trn.spc	2213.6560	16.7397
PE_trn.spc	2191.9851	16.7987
PE_trn.spc	2168.8630	16.8854
PE_trn.spc	2155.7825	16.8655
PE_trn.spc	2148.3609	16.8948

---

PE_trn.spc	2139.2932	16.9262
PE_trn.spc	2132.0663	16.9431
PE_trn.spc	2119.6481	16.9724
PE_trn.spc	2109.5967	16.9977
PE_trn.spc	2088.2667	17.0679
PE_trn.spc	2074.2318	17.1379
PE_trn.spc	2064.7063	17.1846
PE_trn.spc	2057.6255	17.2558
PE_trn.spc	2048.0027	17.4124
PE_trn.spc	2017.9556	17.6240
PE_trn.spc	2007.2127	17.8978
PE_trn.spc	1991.9992	18.0222
PE_trn.spc	1966.1987	18.4591
PE_trn.spc	1943.0571	18.8142
PE_trn.spc	1932.7037	19.1200
PE_trn.spc	1921.4933	19.2283
PE_trn.spc	1909.3089	19.5742
PE_trn.spc	1896.5206	19.9607
PE_trn.spc	1889.8879	19.9922
PE_trn.spc	1868.3241	20.1604
PE_trn.spc	1844.6468	21.0686
PE_trn.spc	1828.9464	21.6690
PE_trn.spc	1810.8012	22.4723
PE_trn.spc	1801.1589	22.7899
PE_trn.spc	1792.3834	22.8030
PE_trn.spc	1780.0042	23.3671
PE_trn.spc	1770.3424	22.9372
PE_trn.spc	1747.5904	21.8782
PE_trn.spc	1733.4678	22.1851
PE_trn.spc	1715.4395	22.3377
PE_trn.spc	1694.9569	20.9162
PE_trn.spc	1650.4853	11.1350
PE_trn.spc	1644.0473	10.8787
PE_trn.spc	1636.0607	10.4688

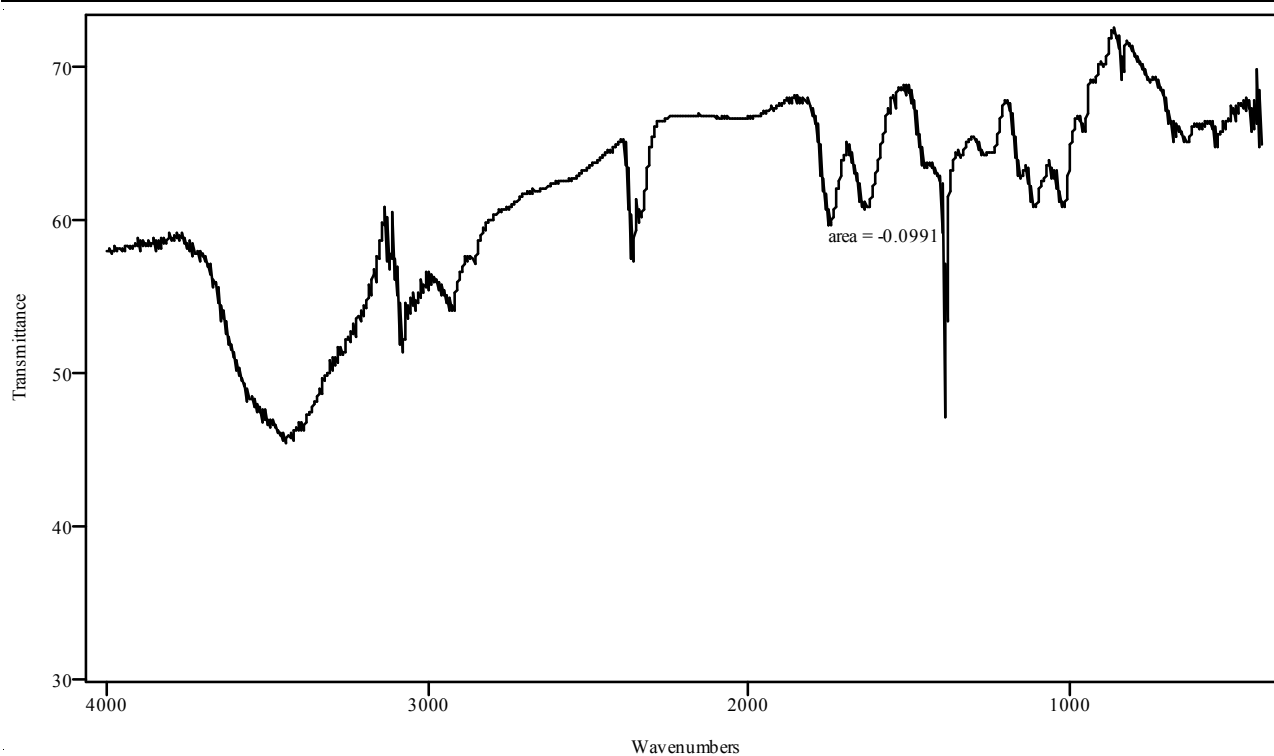
---

PE_trn.spc	1558.4643	28.4715
PE_trn.spc	1541.2249	29.3289
PE_trn.spc	1519.5443	31.2127
PE_trn.spc	1507.3988	31.1228
PE_trn.spc	1488.8836	32.9196
PE_trn.spc	1472.5111	32.1768
PE_trn.spc	1456.3724	30.0617
PE_trn.spc	1416.4882	26.2106
PE_trn.spc	1384.4347	14.5472
PE_trn.spc	1340.1969	31.0028
PE_trn.spc	1101.5540	31.2655
PE_trn.spc	1078.7143	31.4220
PE_trn.spc	662.1265	31.8438
PE_trn.spc	619.3788	28.1689
PE_trn.spc	602.8310	27.8515
PE_trn.spc	592.3413	27.4585
PE_trn.spc	582.2704	27.5795
PE_trn.spc	567.5926	27.4201
PE_trn.spc	559.9567	27.4797
PE_trn.spc	551.4344	27.4697
PE_trn.spc	544.7627	27.4997
PE_trn.spc	537.3410	27.3595
PE_trn.spc	525.4196	27.7755
PE_trn.spc	518.5336	27.6801
PE_trn.spc	507.2550	28.5632
PE_trn.spc	492.9278	29.1640
PE_trn.spc	485.1750	29.5607
PE_trn.spc	475.6496	30.6957
PE_trn.spc	466.0072	30.3294
PE_trn.spc	455.9948	30.6356
PE_trn.spc	440.4891	32.5133
PE_trn.spc	422.4804	32.6442

- Integration du graphe de la pectine commerciale

### Integration Results

Sample Filename	p.jws
File Title	SubFile 1
Date	Wed May 17 15:55:32 2017



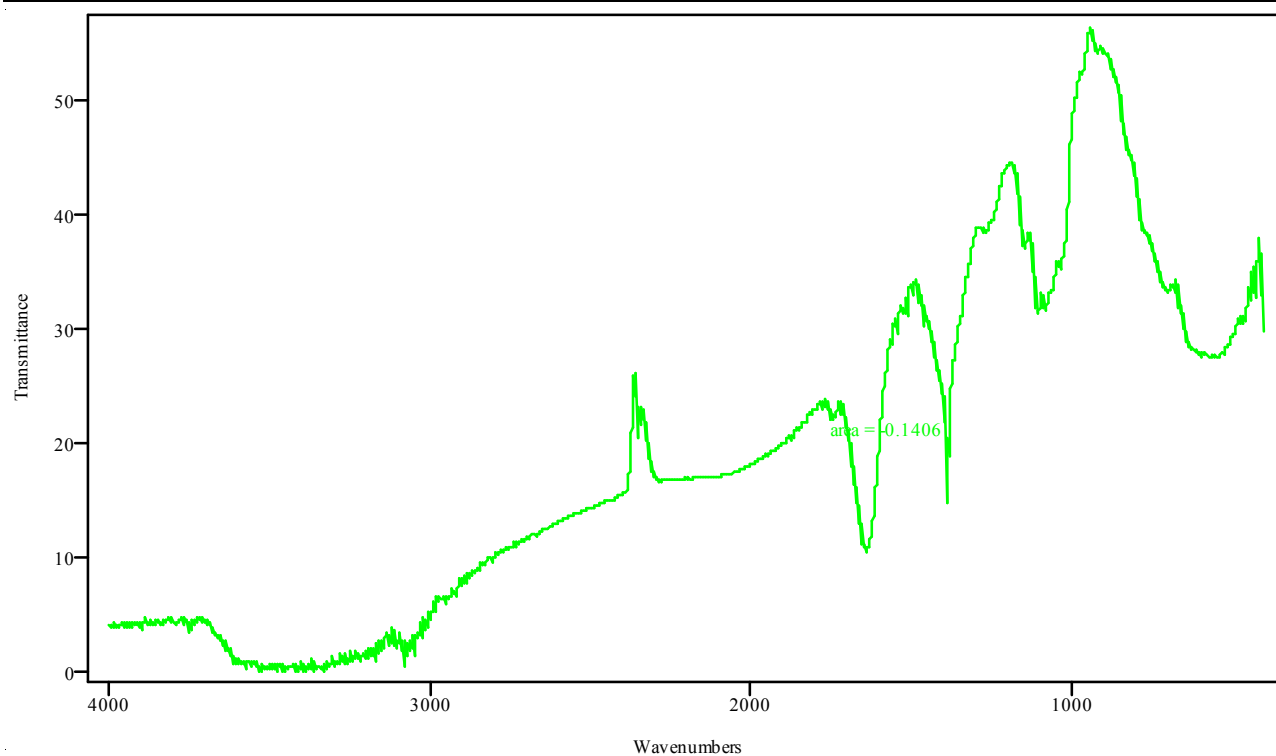
p.jws: SubFile 1

Filename	(1750.376 - 1743.741)
PE_trn.spc	1098.0614
Filename	(1747.059 - 1747.059)
PE_trn.spc	
Filename	(1747.059 - 1743.741)
PE_trn.spc	-0.1406
PEA.jws	-0.1930
p.jws	-0.0991

- Intégration du graphe de la pectine précipitée par l'éthanol non acidulée

### Integration Results

Sample Filename	PE_trn.spc
File Title	pectine
Date	Wed May 17 15:35:38 2017



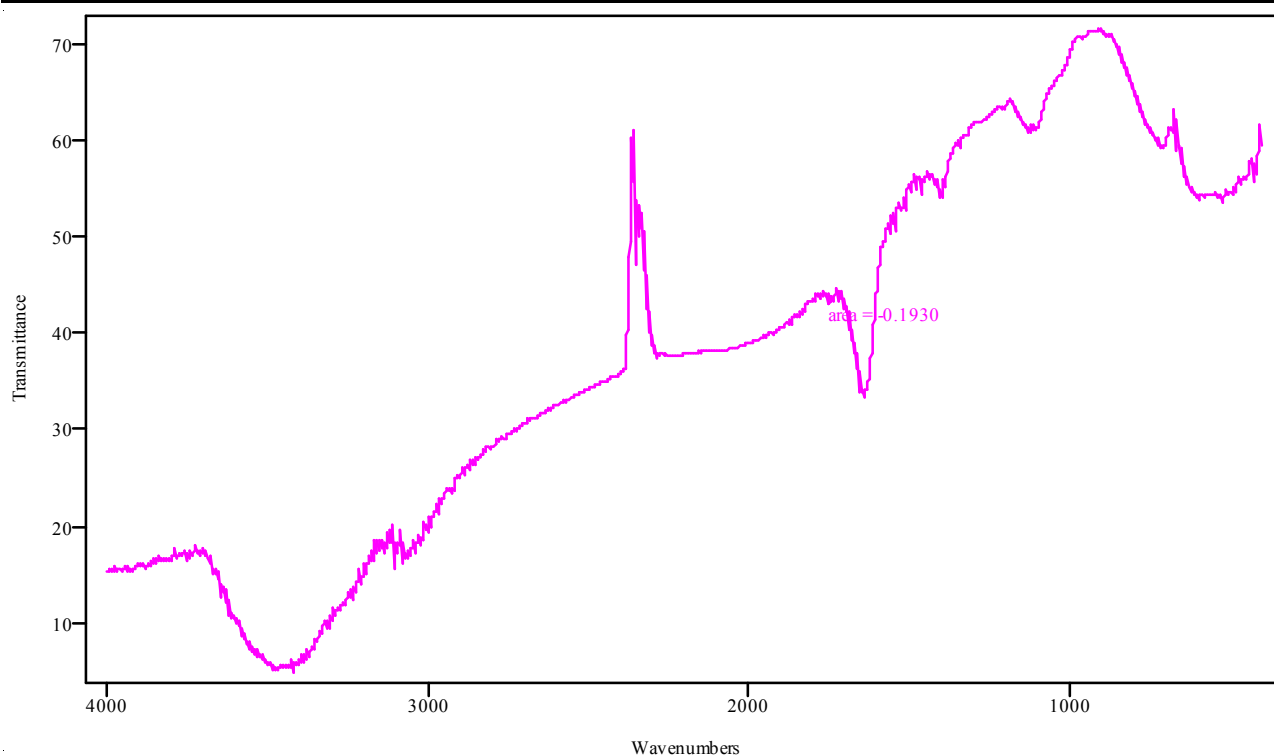
PE\_trn.spc: pectine

Filename	(1750.376 - 1743.741)
PE_trn.spc	1098.0614
Filename	(1747.059 - 1747.059)
PE_trn.spc	
Filename	(1747.059 - 1743.741)
PE_trn.spc	-0.1406

- Integration du graphe de la pectine précipitée par l'éthanol acidulée

### Integration Results

Sample Filename	PEA.jws
File Title	SubFile 1
Date	Wed May 17 15:48:46 2017



PEA.jws: SubFile 1

Filename	(1750.376 - 1743.741)
PE_trn.spc	1098.0614
Filename	(1747.059 - 1747.059)
PE_trn.spc	
Filename	(1747.059 - 1743.741)
PE_trn.spc	-0.1406
PEA.jws	-0.1930

### 5. Présentation de la société :

La société Sodas et Boissons d'Alger par abréviation SBA est située à Eucalyptus, zone industrielle de Meftah dans la wilaya d'Alger.

L'usine fabrique et commercialise des boissons non alcoolisées de marque HAMOUD BOUALEM destinées à la consommation du grand public.

Statut juridique : SARL

Date de création : novembre 1999

Date de début d'activité : octobre 2000

Capacité de production actuelle (1 ligne en 2×8) : 80 millions de bouteilles/ an

Programme moyen annuel :

- Sodas : 50 millions de bouteilles.
- Jus : 10 millions de bouteilles.

Superficie de l'usine : 8500 m<sup>2</sup>.

Surface bâtie : 6000 m<sup>2</sup>.

Les moyens matériels de production sont répartis dans 05 principaux bâtiments et zones annexes. Le découpage est fait en sections homogènes :

- Bâtiment 1 :
  - Magasin de stockage matières premières et produits de nettoyage
  - Siroperie.
- Bâtiment 2 : ligne de production A (SIMONAZZI)
- Bâtiment 3 : ligne de production B (KRONES)
- Bâtiment 4 : aire de stockage produits finis et emballage (quai de livraison)
- Bâtiment 5 : chambre froides (RDC) + direction générale (1er étage)
- Zone annexes :
  - Zone de déchargement et stockage des emballages (caisse et bouteilles)
  - Cantine et vestiaires
  - Station traitement des eaux
  - Station CO<sub>2</sub>
  - Station utilisés : chaudières, compresseurs, groupes de froid.

## **6. Technologie de fabrication de jus à base de concentré dans la SBA**

### **6.1. Préparation du sirop**

- **Fonte du neutre**

Dans un dissolvant, le sucre est incorporé et il est mélangé à l'eau grâce à un agitateur. En parallèle, le mélange est chauffé et pasteurisé par un système de chauffage à l'eau à environ 80°C, durant 15min. Le sirop ainsi obtenu est dit « le sirop simple », il passe par un filtre à précouche pour retenir tous les débris solides qui peuvent se présenter. Ensuite, il sera refroidi jusqu'à 19°C pour qu'il soit prêt à l'opération suivante.

- **Contrôle du neutre**

Le contrôle du neutre se fait en premier lieu de façon visuelle pour en contrôler la fonte. Ensuite, le responsable de la préparation doit contrôler le taux de concentration du sucre en degrés brix. La concentration doit varier entre 58.6 et 59.6 °.

### **6.2. Préparation du jus**

Après remplissage de la cuve de mélange avec la quantité de neutre nécessaire, le responsable de la siroperie assisté de son aide préparateur, procède au dosage des différents produits à l'aide de la bascule. Les produits ainsi préparés sont déversés de façon manuelle dans la cuve de mélange.

En dernier lieu, les concentrés de jus de fruit sont transvasés à l'aide d'une pompe aspirante vers la cuve de mélange.

Après accord de l'agent de contrôle qualité, le jus est transféré à l'aide d'une pompe vers la remplisseuse de l'atelier B.

### **6.3. Préparation de la mise en bouteilles du jus**

- **Approvisionnement de l'encaisseuse**

Les palettes chargées en bouteilles vides (40 caisses) sont transportées par les Caristes vers les convoyeurs de l'entrée caisses.

Les opérateurs de l'entrée caisses sont chargés d'alimenter manuellement les convoyeurs en caisses vides (Emballage).

- **Décaissage**

Le décaissage se fait automatiquement.

- **Lavage des bouteilles**

Ces bouteilles subissent 2 étapes :

- **Le pré-lavage**

il correspond au nettoyage mécanique des bouteilles en verre retourner du marché, en enlevant les grandes salissures (pailles, étiquettes etc.) par de l'eau qui vient des bains de rinçages

- **Le lavage**

Il existe trois bains de lavage, et chaque bain possède une concentration de soude et une température propre à lui sous une pression de 2.5 bars (pompes) comme suit :

Premier bain : [NaOH]=2.2%, température = 65°C.

Deuxième bain : [NaOH]=2.5%, température =70°C.

Troisième bain : [NaOH]=1.5%, température=60°C.

Durant l'opération de lavage, il y aura un contrôle de la température (70° minimum) et le pourcentage de la soude caustique (1.5% minimum) ainsi que les niveaux des bains et cela avant chaque démarrage de production.

#### 6.4. **Soutirage (remplissage)**

Le jus est directement transféré de la siroperie à la soutireuse et cela après avoir été contrôlé à la siroperie par l'agent de contrôle. Ce dernier doit vérifier la concentration en degré brix qui doit être entre 11,3 et 13 selon les parfums. . Le remplissage se fait après la préparation de boisson. Une fois les bouteilles seront remplies grâce à une soutireuse et fermé à l'aide de la bouchonneuse, elles seront envoyées vers le tunnel de Pasteurisation.

### **6.5. Pasteurisation**

C'est une étape indispensable de stabilisation microbiologique, elle correspond à l'envoi des zones chaque zone à un temps et une température spécifique, dont le temps de passage des bouteilles dans le tunnel est de 20 minute.

### **6.6. Etiquetage et codage**

Après la sortie des bouteilles verres du tunnel de Pasteurisation, elles passent à l'étiquetage et codage, puis encaissage et stockage.

## **7. Diagramme de fabrication de la boisson dans la SBA**

