

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie
Département de science alimentaire
Filière : Biotechnologies, Agro-ressources, Aliment et nutrition
Option : Sciences Alimentaires



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Optimisation de l'extraction et
comportement de gélification des pectines
hydrosolubles issues des raquettes de la
figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*)**

Présenté par :

AITOUGUENI SABRINA & BEN HAMMA KHALISSA

Soutenu le : **15 Juin 2015**

Devant le jury composé de :

M^{er} TEMENDJARI
M^{me} MEDOUNI Sonia
M^{er} MOUSSI Kamel
M^{er} LEFSIH Khalef

President
Encadreur
Examineur
Co-promoteur

Année universitaire : 2014 / 2015



Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement

A ce qui ont donnée un sens pour mon existence, qui mon soutenu jours et nuits durant tout mon parcours,

A ce qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui

A vous mes très chère et adorable parents

A mes grands parents surtout ima djadja, que Dieu vous protège et vous prête une longue vie.

A mes adorables sœurs : Nassira, kahina qui m'ont toujours encouragés et souhaités la réussite

A mon très chère frère Elyes

A tout ma famille,dada omar,dada farid,dada karim,khali...

Mes voisines : Nora, Nadia...

A tous mes amis(es) : Rachida,Sissa,juguo,samir,Kahina,Rbiha,Chahinaz ...

qui m'ont donné de la force

sans oublie mon chère amie mohcine qui m'a donné de l'aide .

A toi Khalissa de m'avoir partagé ce modeste travail, nous avons partagé d'agréables moments inoubliables

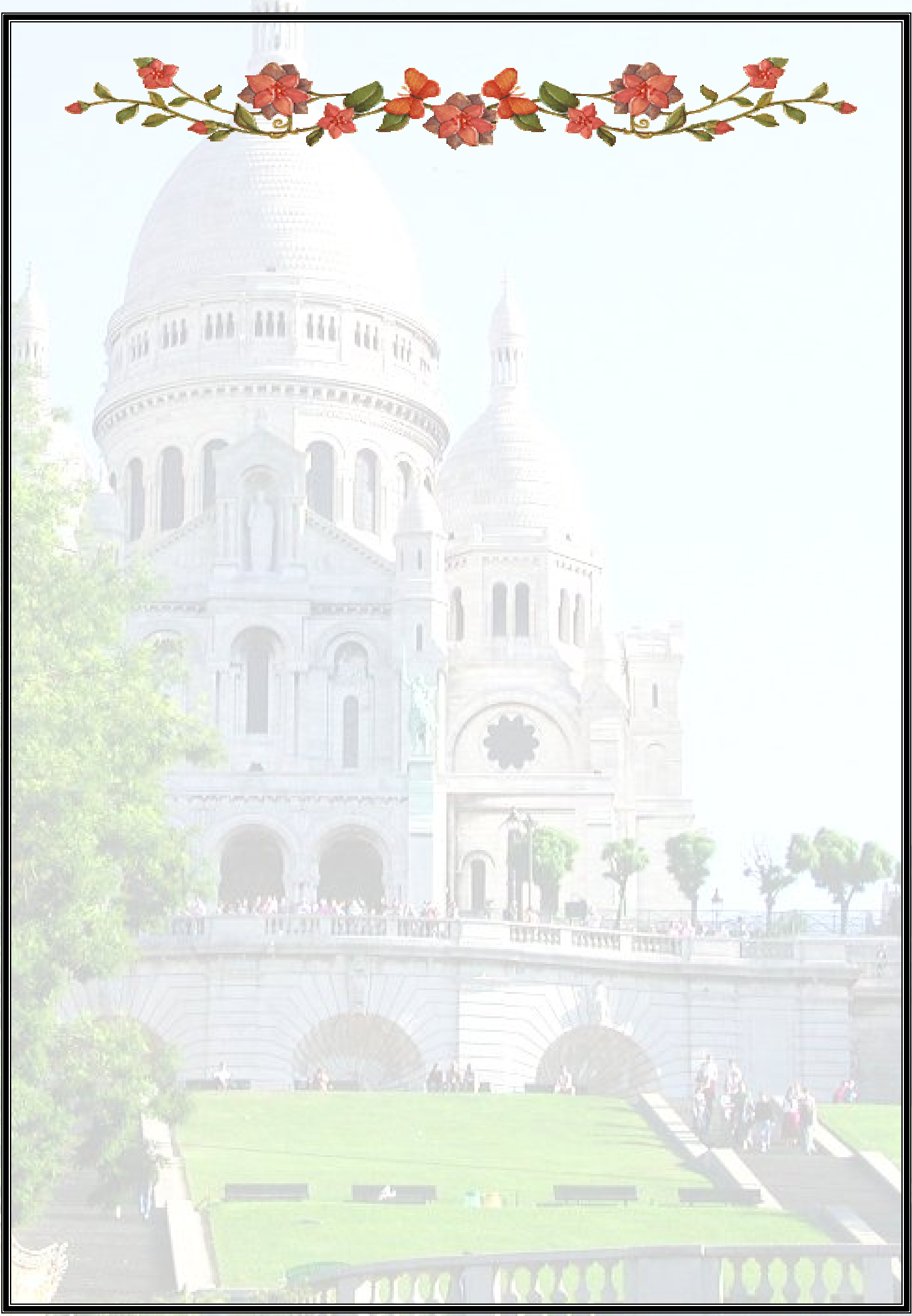
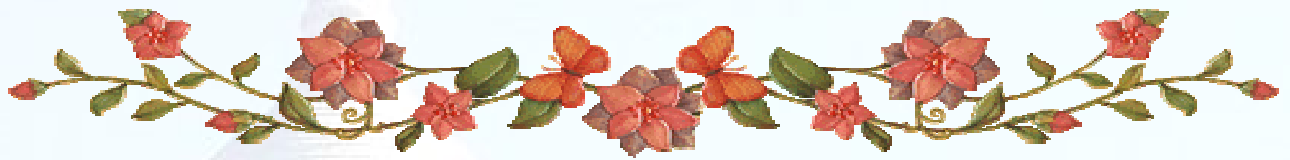
tout au long de notre cursus universitaire.

A tout la promotion de Biotechnologie

Promotion 2014-2015.

SABRINA





Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier Dieu le tout puissant pour nous avoir donné la force et la patience pour mener à terme ce travail.

Nous remercions nos familles qui nous ont toujours encouragés et soutenus durant toutes nos études.

Nous adressons notre reconnaissance et nos remerciements à notre promotrice Medouni et co-promoteur Mr lefsihe d'avoir accepter de nous guider dans ce travail.

Nos remercions les membres de jury qui nous feront l'honneur de juger ce travail.

Notre sincère gratitude va vers tous ce qui ont participés de près ou de loin à ce travail.

Merci encore à tous les doctorants et les personnel du laboratoire 3BS pour leurs aide, leurs gentillesse, surtout M^{er} Moussi pour leur attention, et ces conseils qu'ils ont bien voulu m'apporter avec diligence.

SABRINA
KHALISSA



Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement

A ce qui ont donnée un sens pour mon existence, qui mon soutenu jours et nuits durant tout mon parcours, a A ce qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui

A vous mes très chère et adorable parents

A mes grands parents surtout ima djadja, que Dieu vous protège et vous prête une longue vie.

A mes adorables sœurs : Nassira, kahina qui m'ont toujours encouragés et souhaités la réussite

A mon très chère frère Elyes

A tout ma famille,dada omar,dada farid,dada karim,khali...

Mes voisines : Nora, Nadia...

A tous mes amis(es) : Rachida,Sissa,juguo,samir,Kahina,Rbiha,Chahinaz ... qui m'ont donné de la force

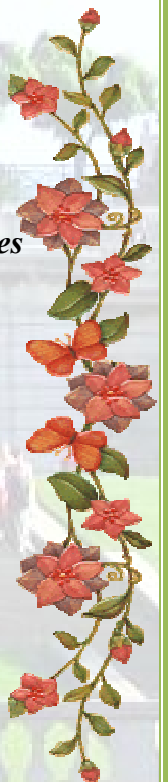
sans oublie mon chère amie mohcine qui m'a donné de l'aide .

A toi Khalissa de m'avoir partagé ce modeste travail, nous avons partagé d'agréables moments inoubliables tout au long de notre cursus universitaire.

A tout la promotion de Biotechnologie.

Promotion 2014-2015

SABRINA





Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement

A ce qui ont donnée un sens pour mon existence, qui mon soutenu jours et nuits durant tout mon parcours, a A ce qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui

A vous mes très chère et adorable parents

A mes frère: dada mobark, dada hakim, sedik, leyes, Abbasse.

A mes adorables sœurs : nana Karima, zahia, souhila

*A ma nièce et neveux : lydia, hanane, dallia, dalissia, siham, rayane, Adam, rachid ;
wissam*

Mon chère fiancée zahir et ma belle famille :

Ima tima, samira, Lydia

A tous mes amis(es) : hanane, Lydia, rbiha, Mohcine, Chahinaz,...

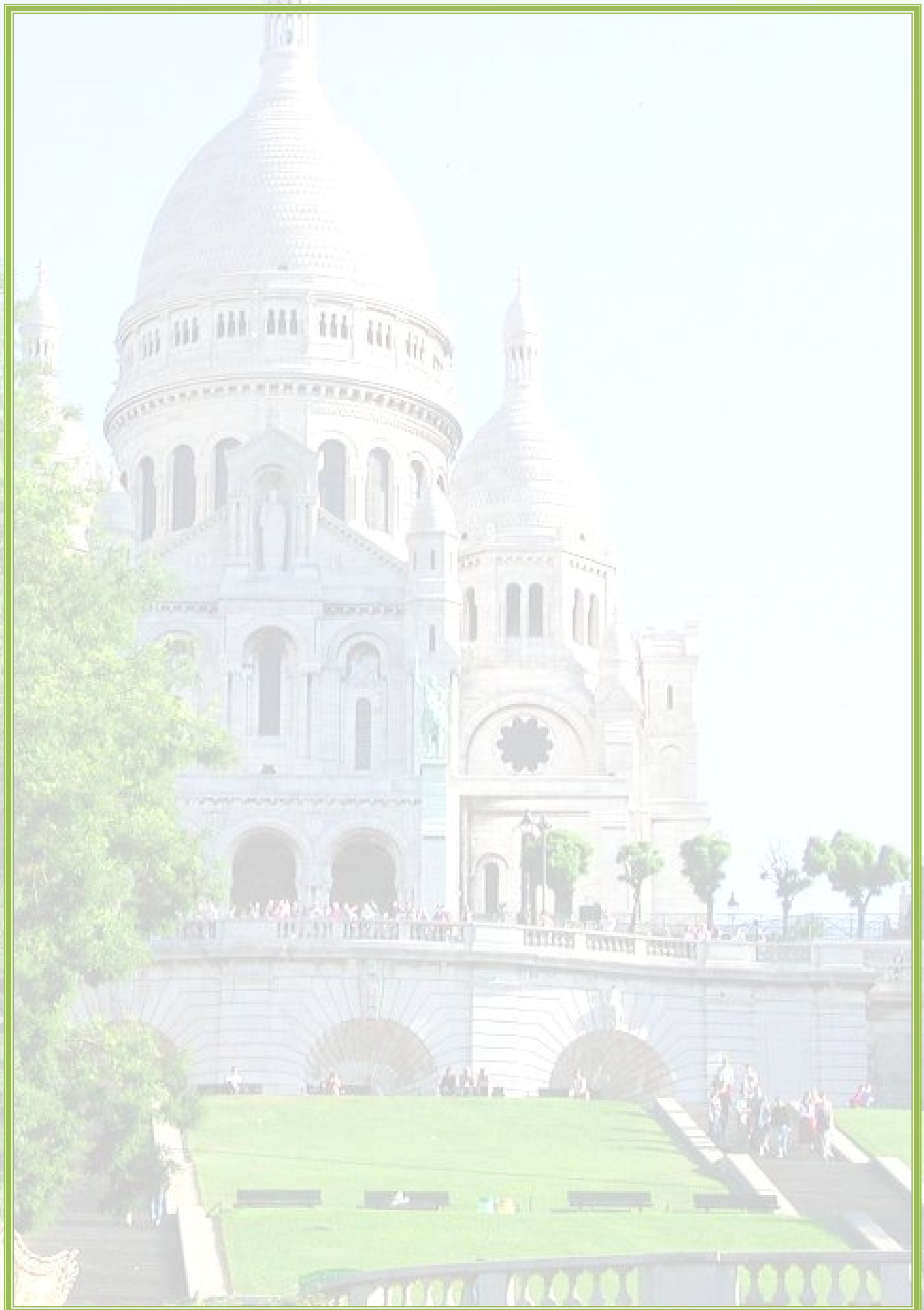
A toi Sabrina de m'avoir partagé ce modeste travail, nous avons partagé d'agréables moments inoubliables tout au long de notre cursus universitaire.

A tout la promotion de Biotechnologie

Promotion 2014-2015

Khalissa







Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement

A ce qui ont donnée un sens pour mon existence, qui mon soutenu jours et nuits durant tout mon parcours,

A ce qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui

A vous mes très chère et adorable parents

A mes frère: dada mobark, dada hakim, sedik, leyes, Abbasse.

A mes adorables sœurs : nana Karima, zahia, souhila

A ma nièce et neveux : lydia, hanane, dallia, dalissia, siham, rayane, Adam, rachid ; wissam

Mon chère fiancée zahir et ma belle famille :

Ima tima, samira, Lydia

A tous mes amis(es) : hanane, Lydia, rbiha, Mohcine, Chahinaz,...

A toi Sabrina de m'avoir partagé ce modeste travail, nous avons partagé d'agréables moments inoubliables

tout au long de notre cursus universitaire.

A tout la promotion de Biotechnologie

Promotion 2014-2015

Khalissa



Liste des figures

N° de la figure	Titre de la figure	Page
1	figuier de barbarie.	3
2	Représentation simplifiée et schématique de l'architecture de la paroi.	8
3	Structure de la chaîne polygalacturonate.	9
4	Le motif monomère des pectines.	10
5	Représentation schématique de la molécule de pectine.	11
6	La "boîte à œufs" ou "Egg box".	13
7	les hydrogels.	15
8	Force de gel d'une pectine en fonction de la température	16
9	la classification des hydrogels.	19
10	Étapes d'obtention de la poudre fine des raquettes de la figue de barbarie.	20
11	schéma d'extraction de pectine.	22
12	protocole de l'extraction de la pectine par micro-onde.	24
13	Protocole de mesure de la viscosité des pectines non saponifié.	26
14	protocole de saponification de la pectine.	27
15	schéma générale de la détermination de la viscosité de pectine saponifiée après l'ajoute de CaCl_2 .	29
16	schéma générale sur l'effet de la concentration de Cr sur la viscosité des pectines.	31
17	schéma générale sur l'effet de pH sur la viscosité des pectines.	32
18	schéma générale sur l'effet de T° sur la viscosité des pectines.	32

19	Surface de réponse d'interaction temps-puissance .	34
20	Surface de réponse d'interaction temps-ratio.	34
21	Surface de réponse l'interaction puissance-ration.	35
22	Surface de réponse Pour l'interaction temps-pH.	35
23	Surface de réponse Pour l'interaction puissance-ration.	36
24	les viscosités des pectines natives en fonction de temps.	38
25	la viscosité des pectines saponifie en fonction de temps.	39
26	la viscosité des pectines saponifie en fonction de la concentration en CaCl_2 .	40
27	Représentation schématique de la gélification des pectines avec le Ca^{++} .	41
28	résultats d'analyses de la viscosité de pectine native.	42
29	la variation de la viscosité des pectines saponifiés en fonction de la concentration C_r et T_{tmp} .	44
30	la variation de la viscosité des pectines on fonction de la concentration C_r .	46
31	la viscosité des pectines on fonction de pH.	47
32	Effet de la température sur la viscosité du WSP/ C_r .	48

Liste des tableaux

N° de tableau	Titre	Page
I	caractéristiques morphologiques d' <i>Opuntia ficus indica</i> (Habibi, 2004).	5
II	Teneur en substances pectiques de quelques végétaux (Thibault et <i>al.</i> , 1979).	10
III	La matrice du plan d'expérience.	25
IV	viscosité de PCT en fonction de la concentration de Cr et TSMP.	30
V	résultats d'analyse de pectine de la figue de barbarie (raquette).	31
VI	résultats de la matrice d'extraction	33
VII	conditions optimales d'extraction des pectines.	38
VIII	la variation de la viscosité des pectines native on fonction de la concentration de Cr et TSMP.	43
IX	résultats d'analyses de la viscosité de pectine saponifie.	44

Liste des abréviations

BBD : Box-Behenken Design.

Car : Carraghénanne.

DA : Degré d'amidation.

DAc : Degré d'acétylation.

DE : Degré d'esterification.

DM : Degré de Méthylation.

FAO : Food Agriculture Organisation.

HM : Hautement Méthylé.

LM : Faiblement Méthylé.

MPC : Mélange Pectine Carraghénanne.

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

PCT : Pectine, Carraghénanne, Tsmp.

TSMP : Thri-sodium-méta-phosphate.

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction..... 1

Partie théorique

Chapitre I : Figuier de Barbarie (Opuntia ficus indica)

1.1. Historique et répartition géographique.....	3
1.2. Description botanique.....	4
➤ Taxonomie et systématiq.....	4
➤ Aspect botanique.....	4
1.3 Culture.....	6
1.4. Intérêts et utilisations.....	7

Chapitre II : Les pectines

2.1. Historique.....	8
2.2. Généralités et origine.....	8
2.3. La réglementation alimentaire.....	9
2.4. La structure chimique de la pectine.....	9
2.5. Propriétés générales et classification.....	11
2.6. Propriétés physiques des pectines.....	12
2.6.1. Propriétés viscosifiantes.....	12
2.6.2. Propriétés gélifiantes.....	12
2.6.2.1. Gels des pectines hautement méthylée.....	12
2.6.2.2. Gels des pectines Faiblement méthylée.....	13
2.6.2.3. Propriétés stabilisantes.....	13
2.7. Intérêts et domaines d'application des pectines.....	13

Chapitre III : Les hydrogels

3.1. Généralités et définition.....	15
3.2. Propriétés générales des hydrogels.....	15
3.2.1. Facteurs Intrinsèques.....	14
3.2.2. Facteurs extrinsèques.....	16
3.3. Classification des d'hydrogel.....	17
3.3.1. Classification fondée sur la source.....	17
3.3.2 Classification selon la composition polymérique.....	17
3.3.2.1. Hydrogels homopolymères.....	17
3.3.2.2. Hydrogels copolymères.....	17
3.3.2.3. Multipolymère.....	17
3.3.3. Classification en fonction du type de réticulation.....	17
3.3.3.1. Classe d'hydrogels physiques.....	17
3.3.4.2. Classe d'hydrogels chimiques.....	18

Partie pratique

Chapitre IV : Matériel et méthodes

4.1. Matériel végétal.....	20
4.1.1. Récolte de la figue de barbarie.....	20
4.1.2. Séchage et préparation de la matière première.....	20
4.2. Extraction des pectine.....	21
4.2.1. Extraction conventionnelle.....	21
4.2.2. Extraction hydrique assistée par micro onde.....	23
4.2.2.1. Optimisation des paramètres d'extraction de la pectine par plan d'expérience.....	25
4.3. La Viscosité des pectines.....	26
4.3.1. Mesure de la viscosité des pectines.....	26
4.3.1.1. Mesure des viscosités de la pectine native en fonction de temps.....	26
4.3.1.2. La viscosité des pectines saponifiées.....	26
4.4. Conditions optimales de gélification des pectines.....	28
4.4.1. Détermination de la viscosité de pectine saponifiée après l'ajoute de $CaCl_2$	28
5. la gélification du mélange pectine/carraghénane/TSMP (PCT).....	30
5.1. Les facteurs influençant sur la viscosité du mélange pectine/carraghénane.....	30
5.1.1. Effet de concentration de Cr.....	31

5.1.2. Effet du pH.....	32
5.1.3. Effet de la température.....	32

Chapitre V : Résultats et discussion

5.1 Extraction conventionnelle.....	11
5.2. Extraction avec micro-onde.....	11
5.3. Optimisation des conditions d'extraction.....	11
5.3.1. Analyse des résultats.....	11
➤ Effets d'interaction.....	11
➤ Analyse de modèle mathématique.....	11
5.3.2. Paramètres optimaux.....	11
5.4. Viscosité.....	11
➤ Viscosité des pectines en fonction de temps.....	11
5.4.1. Pectine native.....	11
5.4.2. Pectine saponifiée.....	11
5.4.2.1. La viscosité de pectine saponifier / CaCl ₂	11
5.5. L'effet de la concentration de Carraghénane et TSMP sur la viscosité des pectines saponifiée et native.....	11
5.5.1. Pectine native.....	11
5.5.2. Pectine saponifiée.....	11
5.5.3. Effet de la concentration du Carragheenane sur la viscosité du wsp.....	11
5.6. La viscosité de mélange WSP/Carragenane (WSP/CR)	11
5.6.1. Effet du pH.....	11
5.6.2. Effets de température.....	11
Conclusion.....	45

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

La pectine est un composant de la paroi cellulaire de tous les végétaux supérieurs (N'BeMiller, 2001). Elle est abondamment présente dans la matière végétale comme constituant important des lamelles moyennes et des parois primaires de cellules (Van Rijssel, 1993), c'est un polysaccharide dite polyacide ou polymère anioniques, c'est un bio polymère dont le motif de base est l'acide galacturonique (Mukhiddinov *et al.*, 2000).

Les pectines sont considérées comme des additifs alimentaires et, à ce titre, sont enregistrées sous le n° E440, font d'elles une classe de molécules remarquables qui ont inspiré de nombreuses études.

Les chercheurs réévaluent actuellement l'importance des pectines et envisagent pour eux de nombreuses applications.

Ce polymère naturel est largement utilisé comme agent gélifiant, épaississant, stabilisant et émulsifiant dans les milieux riches en eau pour sa grande variété de textures (de la solution visqueuse au gel) qu'elle permet d'obtenir, elle peut former une solution viscoélastique, un hydrogel et un réseau structural qui sont largement exploités dans plusieurs domaines.

La quantité ainsi que la qualité des pectines dépend de la méthode d'extraction et des conditions d'extraction. L'extraction est habituellement effectuée par le traitement acide à température élevée, Cette étape permet l'extraction et la solubilisation des matériaux de pectine des tissus végétaux (Lopes da Silva *et al.*, 2006).

L'Opuntia ficus indica (le figuier de Barbarie). Selon les pays, il est utilisé dans divers domaines. On le trouvera aussi bien dans le domaine de l'industrie et dans le domaine de l'alimentation, ou bien encore dans le domaine pharmaceutique, cosmétologique, ornemental, médicinal,...

L'Algérie est parmi les pays méditerranéens producteurs de figue de barbarie, et afin de tirer bénéfice de cette biomasse riche en pectine, une bonne maîtrise des conditions d'extraction de cette pectine s'avère nécessaire, dont s'inscrit l'objectif de la présente étude qui consiste à optimiser les conditions d'extraction des pectines issues des raquettes de la figue de barbarie par micro-onde et de comparer les résultats obtenus avec ceux de

l'extraction hydrique conventionnelle. Le deuxième objectif est d'investiguer les conditions optimales (pH, température, concentration de Ca^{++} , concentration en carrageunane).

Etude Bibliographique

I. Figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica*)

1.1. Historique et répartition géographique

Opuntia ficus indica une espèce de la famille des Cactaceae (**Figure 1**) (**De Wit, 2010 ; Habibi, 2004**), originaire du Mexique, où elle a été utilisée par l'homme depuis 6500 ans avant Jésus Christ et fut l'une des alimentations de base des populations indigènes (**Araba et al., 2000**). Sa consommation s'est naturalisée dans d'autres continents, notamment le pourtour méditerranéen et en Afrique du Sud (**Matthau's et Ozcan, 2011**). Cette espèce produit un fruit comestible appelé figue de Barbarie.

Opuntia ficus indica ou cactus, s'adapte à une gamme de conditions climatiques tropicales, semi-aride à aride (**Habibi, 2004 ; Al-Juhaimi, 2012**), il a une capacité remarquable de résister à des périodes de sécheresse prolongées. Le cactus connaît un regain d'intérêt dans plusieurs pays en raison de son rôle écologique et socio-économique:

- Lutte contre l'érosion et la désertification ;
- Production de fruits ;
- Production d'aliments pour le bétail ;
- Utilisation industrielle dans le domaine agroalimentaire, cosmétique et médical.

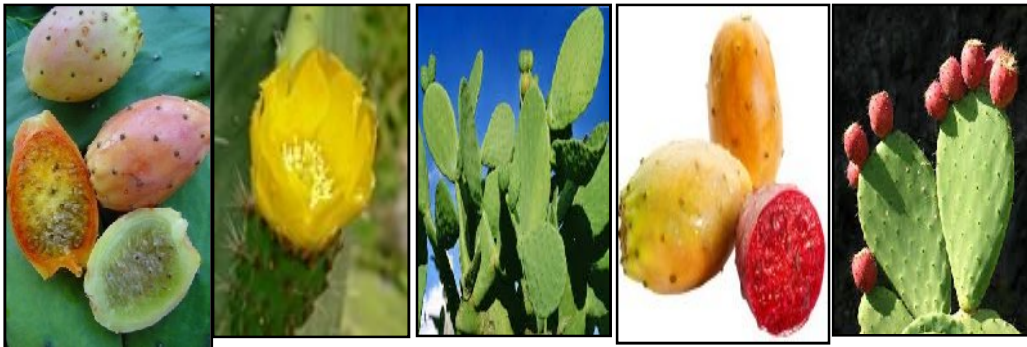


Figure 1 : figuier de barbarie. (Anonyme N°1).

1.2. Description botanique

➤ Taxonomie et systématique



Dans les pays du Maghreb, les espèces du cactus les plus largement répondues sont *Opuntia dillenil*, *Opuntia vulgarie*, *Opuntia compressa* et *Opuntia ficus indica*. Cette dernière est la principale espèce qui produit les fruits comestibles (figue de barbarie) (Araba et al., 2000). La classification botanique de la figue de barbarie est résumée ci-dessous (Scheinvar, 1995).

Règne : Végétal
Ordre : Caryophyllales
Sous-ordre : Portulacineae
Famille : Cactaceae
Sous -Famille : Opuntioideae
Genre : Opuntia
Sous-genre : Platyopunti
Espèce : *Opuntia ficus indica* (L.) Mill

➤ Aspect botanique

L'aspect botanique du figuier de Barbarie est présenté dans le **tableau I** :

Tableau I : caractéristiques morphologiques d'*Opuntia ficus indica* (Habibi, 2004).

Compartiments	Descriptions	photographies
Taille	Plante grasse qui peut mesurer jusqu'à 5m de hauteur	
Articles	Ovoïdes aplatis en forme de raquette (cladode) de couleur vert mate, sont couverts de petite aréoles et d'épines	
Fleurs	Marginales sur le sommet des cladodes, sont hermaphrodites, de couleur jaune et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante	
Fruits	Baies charnues ovoïdes ou piriforme pourvues d'épines, de couleur jaune ou rougeâtre à maturité	

1.3 Culture

Les cultivars inermes de l'espèce *opuntia ficus indica*, sont utilisés pour la production des jeunes raquettes qui sont consommées en tant que légume. La valeur nutritive des Nopalitos (raquettes), est proche de celles de la laitue et des épinards, ils sont riches en vitamine C et en calcium (Araba et al., 2000).

Il est aussi cultivé en Tunisie, essentiellement dans la région de Kasserine, et très consommé pendant l'été.

Il nécessite un climat chaud et une exposition bien ensoleillée. Il préfère un sol filtrant et bien drainé, de pH neutre.

La multiplication peut se faire soit par semis, soit par bouture, en partant de cladodes âgés de un à deux ans.

La taille, à exécuter au printemps ou en fin d'été, sert à empêcher le contact entre les cladodes, ainsi qu'à éliminer ceux qui sont malformés ou endommagés.

Pour améliorer le rendement, il est opportun d'apporter une fertilisation phospho-potassique, de préférence organique. En culture irriguée, on peut obtenir un rendement de 250 à 300 quintaux de fruits à l'hectare.

La gamme des variétés en culture se limite en substance à trois cultivars qui diffèrent par la coloration du fruit : jaune (Sulfarina), blanche (Muscaredda) et rouge (Sanguigna). Le cultivar Sulfarina est le plus répandu en Italie pour sa plus grande capacité productive aux méthodes de culture intensive. La tendance en général est d'intégrer la culture des trois cultivars, de manière à fournir au marché un produit caractérisé par sa diversité chromatique (Anonyme N°2).

1.4. Intérêts et utilisations

Le figuier de Barbarie est une plante très utile pour les régions arides. Ses utilisations sont multiples, il est utilisé en tant que anti-inflammatoire, antiviral, antibactérien, anti-oxydant, anti-ulcère, cicatrisant (**Brahamiet *al.*, 2011**), anti-diabétique (diabète type 2) antirides (elle contient la vitamine E), anti-cancer (**chavez-santoscoy et *al.*, 2009**), diminue le cholestérol et l'obésité.

Il est utilisé aussi dans l'industrie cosmétique : gel, crème de lifting, crème de soin, champoing et même parfum.

Les figues de barbarie peuvent être consommées fraîches ou après dessiccation au soleil (**Diaz Medina et *al.*, 2007**), les jeunes cladodes sont consommés comme légumes (**Stintzing et *al.*, 2001 ;Guevara-Figueroa et *al.*, 2010**).

Le fruit est caractérisé par des niveaux élevés en acides aminés, particulièrement proline et dérivé d'acide aminé taurine (**Stintzing et *al.*, 2001**). La teneur totale en acides aminés libres (257mg /100g) est largement supérieure à la teneur moyenne des autres fruits (**El Aamadi, 2008**). En plus c'est une source importante de composés bioactifs, y compris l'acide ascorbique, les caroténoïdes, et les flavonoïdes (**Fernandez-Lopez et *al.*, 2010**). Elle contient aussi un pourcentage élevé de pectines et de fibres. La valeur calorique de la pulpe est d'environ 209.34kj.100g-1 (**De Wit, 2010**).

Les cladodes sont également fortement employés dans l'industrie alimentaire, ils sont utilisés pour leurs propriétés de gélification (**Ammar et *al.*, 2012**), leurs mucilages sont employés comme agents d'épaississement (**Stintzing et *al.*, 2001**). Les cladodes sont aussi séchés, moulus et tamisés pour l'obtention d'une farine qui sera utilisée dans la panification, cette farine est acceptable, elle permet de préparer de meilleurs produits de boulangerie.

II. Les pectines

2.1. Historique

La pectine a été découverte pour la première fois par le scientifique V. Anquelin, il y a plus de 200 ans dans le jus de fruits.

Le nom de pectine n'a été employé qu'en 1825 par le Français Henri Braconot (**Kravtchenko et al., 1992**); chimiste lorrain (1781-1855), qui rapporta l'existence d'un composé dont l'extrait aqueux était visqueux et le baptisa pectine, du mot grec **PECTOS** qui signifie « gelée ou rigidité » (**Manfred et al., 1998**).

Enfin en 1851, on regroupe tous les travaux remarquables qui ont été faits sur ces substances dans la monographie américaine de **KERTESZ**. Il a traité d'une façon détaillée la chimie, l'état naturel, l'extraction et l'emploi des substances pectiques (**Lowr, 1992**; **Belaid et al., 1993**).

2.2. Généralités et origine

Des proportions plus petites de ces substances sont trouvées dans les parois de la cellule végétale (**Kertesz, 1951**). Les concentrations les plus élevées de la pectine sont trouvées au niveau de lamelle de la paroi cellulaire, (**Jarvis, 1984**). Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires tels que la cellulose, les hémicelluloses, la lignine, par des liaisons physiques et/ou chimiques (**Pilnik et Voragen, 1979**), **figure 2**.

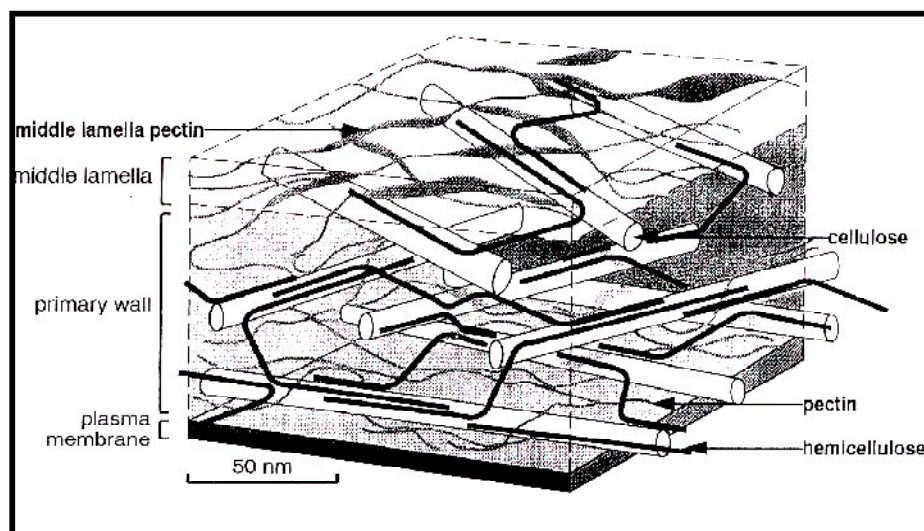


Figure 2 : Représentation simplifiée et schématique de l'architecture de la paroi (**Pilnik et Voragen, 1979**).

Bien que la pectine se produise généralement dans la plupart des tissus végétaux, la pectine de différentes sources n'a pas la même capacité de gélification, puisque la capacité des pectines à former un gel dépend de la taille et du degré moléculaires de l'estérification, degré de ramification, l'acétylation, et la réticulation des molécules de pectine affectent également la texture des gels de pectine (Chang *et al.*, 1994).

2.3. La réglementation alimentaire

La pectine fait partie de l'alimentation humaine depuis les origines de l'homme. En ce qui concerne la toxicologie, la pectine a été étudiée par le comité mixte d'experts FAO (Food agriculture organisation) /OMS (organisation mondiale de la santé), sur les additifs alimentaires (Thibault *et al.*, 1993). Les réglementations internationales reconnaissent que la pectine est un additif alimentaire de valeur et inoffensif, répertorié sous le code (E 440) (Manfred *et al.*, 1998).

2.4. La structure chimique de la pectine

La pectine est un polysaccharide naturel essentiellement linéaire, elle est composée principalement des unités acide D-galacturonique (Mukhiddinov *et al.*, 2000), donc la composante principale commune à la plupart des pectines est un squelette d'unités acide D-galacturonique linéaire joints par une liaison glycosidique en α (1-4) ; comme illustré dans la **figure 3**. La chaîne pectique, à l'état solide ou en solution présente une configuration spiralée avec un pas de 3. La teneur en substance pectique de quelques végétaux est représentée dans le **tableau II** .

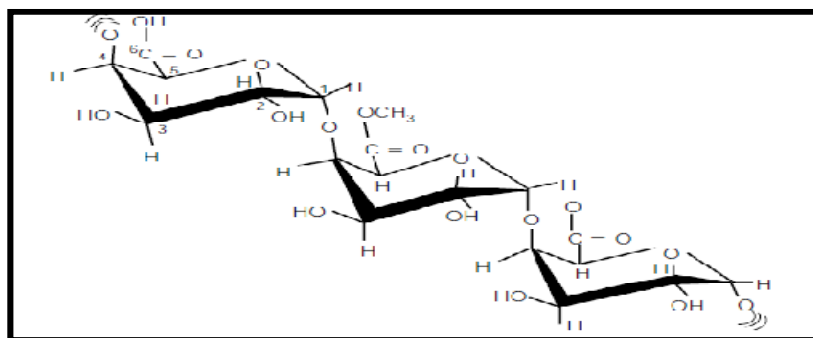


Figure 3: Structure de la chaîne polygalacturonate (Thibault et Petit, 1979).

Tableau II : Teneur en substances pectiques de quelques végétaux (Thibault *et al.*, 1993).

Origine	Teneur en pectine (% de matières sèches)
Pomme de terre	2.5
Carotte	10
Raifort	15
Tomate	3
Pomme	4-7
Marc de pomme	15-20
Capitule de tournesol	25

Les unités d'acide galacturonique peuvent être estérifiées en position C6 par méthylation simple (**figure 4**) ou ramifiées toujours en position C6, le plus souvent par différentes chaînes latérales riches en sucres neutres (**figure 5**). La chaîne d'acide galacturonique est interrompue par des unités de β -L-rhamnose, lié par son carbone 1 et 2 (Aspinall, 1980), qui provoquent une déviation de l'axe de la chaîne. Cette zone de flexibilité, appelée «coude pectique», facilitera la formation d'un réseau tridimensionnel, lors du processus de gélification.

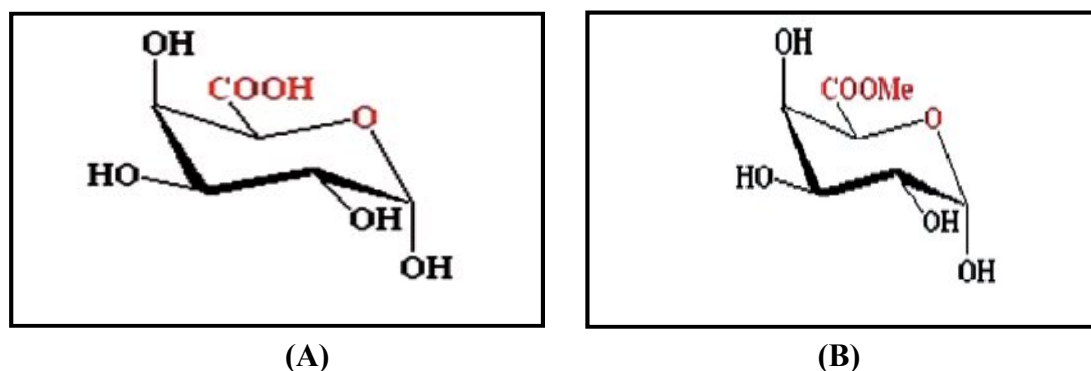


Figure 4 : Le motif monomère des pectines. (A) acide galacturonique, (B) acide galacturonique méthylé (JF.Thibault, 1980).

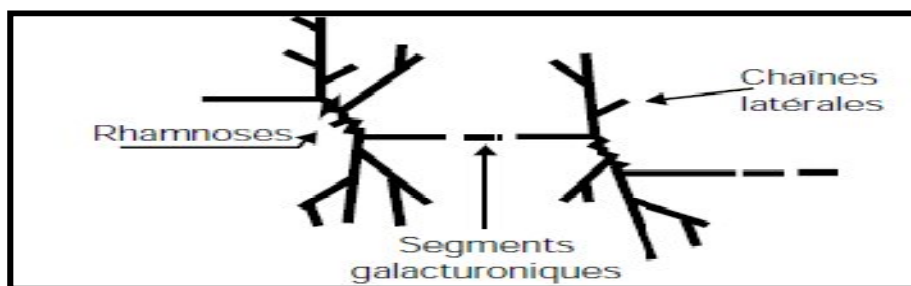


Figure 5 : Représentation schématique de la molécule de pectine.

2.5. Propriétés générales et classification

Ces dernières années, elles ont gagné de l'importance dans plusieurs domaines. Les avantages de la pectine naturelle sont également de plus en plus appréciés par les scientifiques et le consommateur dus à sa biodégradabilité. La composition et la structure de la pectine ne sont toujours pas complètement compris, bien que la pectine a été découverte sur il y a 200 ans. Il est très difficile de déterminer la structure de la pectine parce que elle peut changer pendant l'isolement, du stockage, et du traitement de matière végétale (Novosel'skaya *et al.*, 2000). Une partie de la matière pectique peut se retrouver « noyée » dans un tissu végétal et liée à lui par des liaisons fortes ou faibles, et aussi probablement de manière purement mécanique par insertion, il s'agit donc de produit insoluble qui n'est pas extrait par simple lavage à l'eau. La propriété la plus importante de la pectines est leur capacité de former des gels (Chang *et al.*, 1994).

La classification la plus utilisée est basée sur le degré de méthylation (DM), qui est défini comme nombre de moles de méthanol par 100 moles de l'acide galacturonique (100 motifs de l'acide galacturonique de la chaîne principale) (Voragen *et al.*, 1995).

- les pectines hautement méthylées quand la valeur pour le DM ≥ 50 .
- Les pectines faiblement méthylées quand la valeur pour le DM < 50 .
- l'acide pectique quand la valeur pour le DM < 10 .

On parle aussi de degré d'acétylation (DAc) qui est défini comme pourcentage des résidus de galacturonosyl estérifiés avec un groupe acétyle. DAc est généralement s'étendant entre 3% et 15% (**Voragen et al., 1995**).

Les mêmes fonctions acides peuvent, au cours du traitement industriel de déméthylation en milieu ammoniacal, être amidées, dans ce cas, on parlera du DA (Degré d'amidation). Des ramifications, principalement constituées par de courtes chaînes latérales de sucres neutres (galactanes, arabanes, xylanes,...) sont rattachées aux fonctions hydroxyles secondaires (C2 ou C3) de la chaîne principale (**Rombouts et Pilnik, 1980**). Ces ramifications sont souvent localisées en zones dites « chevelues », provoquant une interruption de la régularité des chaînes homogalacturoniques (**De Vries, 1986**).

2.6. Propriétés physiques des pectines

2.6.1. Propriétés viscosifiantes

Selon **Leroux et Schoubert (1983)**, la viscosité des pectines est inférieure à la plus part de celle des autres gommés, il est donc rare d'utiliser les pectines pour augmenter la viscosité d'un produit.

2.6.2. Propriétés gélifiantes

Un gel est un réseau tridimensionnel de macromolécules incluant un solvant. Celui-ci est provoqué par des changements physiques ou chimiques qui tendent à diminuer la solubilité de la pectine, favorisant la formation de cristallisations locales (**May, 1990**). La gélification consiste en l'association des chaînes de polygalacturonate, par formation des zones de jonctions (**Rees, 1969 ; Holfer, 1999**).

2.6.2.1. Gels des pectines hautement méthylées

Selon **Holfer (1999)**, les conditions minimales de gélification des pectines hautement méthylées sont :

- ✓ un milieu acide PH= 3,5 ;
- ✓ 55% de pectine soluble ;
- ✓ Le calcium (n'est pas un facteur nécessaire).

Au-delà de ces conditions la pectine n'est pas un facteur de gélification mais un agent d'épaississement (**Holfer, 1999**).

Les molécules pectiques en solution sont fortement hydratées et chargées négativement du fait de la dissociation des fonctions carboxyliques. La diminution d'hydratation est réalisée par l'addition du saccharose qui joue le rôle de fixateur d'eau. La diminution de charge est réalisée on réduit la dissociation de la fonction par baisse de PH.

Les associations se font par des liaisons hydrogènes intermoléculaires au niveau des zones de jonction assurant ainsi la cohésion du gel.

2.6.2.2. Gels des pectines Faiblement méthylées

Selon **Cheftel (1980)**, lorsque la pectine faiblement méthylée a un taux élevé de groupement COO^- il y a établissement des liaisons ioniques entre les molécules pectiques par l'intermédiaire des cations divalentes.

Les conditions de gélification sont comme suite :

- ✓ PH=1 à 7 ou plus ;
- ✓ Solide soluble = 0% à 80% ;
- ✓ Calcium exigé.

Les pectines offrent une gélification dans une large gamme de PH et de solide mais il y a l'inconvénient des quantité de Ca^{++} déjà présente dans le produit, le mécanisme de gélification de ces pectines nécessite de joindre les groupements carboxyliques des chaînes adjacentes pas des cations divalentes créant ainsi des zones de jonction disposées selon modèle appelé « **Boîte a œufs** » selon le schéma suivant :

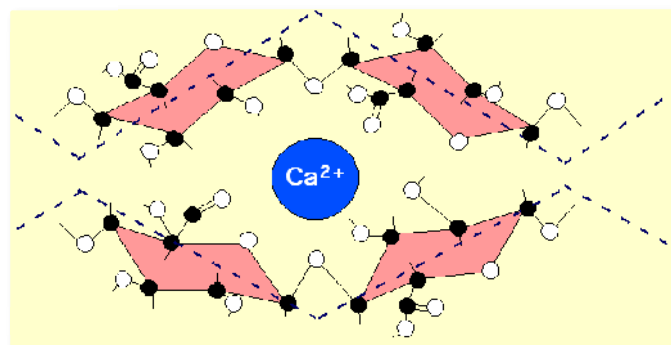


Figure 6 : La "boîte à œufs" ou "Egg box"(Thibault et Petit, 1979).

2.6.2.3. Propriétés stabilisantes

Dans ce cas, la propriété recherchée permet d'éviter la séparation d'un milieu hétérogène. Cette propriété peut être obtenue de différentes manières : soit par augmentation de la viscosité, mais qui peut être un facteur limitant pour certaines applications où une forte viscosité est incompatible avec la rhéologie du produit, soit par création d'un réseau suffisamment efficace pour maintenir des particules en suspension mais suffisamment faible pour ne pas être perceptible.

2.7. Intérêts et domaines d'application des pectines

La pectine est utilisée dans divers domaines et intensivement dans les industries alimentaires surtout celle des confitures et conserves, gelées de boulangeries, application au lait à bas pH. Autres que les applications alimentaires, la pectine est utilisée dans divers domaines, l'industrie de papier (papier brillant de photographie), l'industrie pharmaceutique (son pouvoir de former des gels colloïdaux avec de grandes quantités d'eau la rend utilisable dans la fabrication des produits retardent la coagulation de sang), des poudres reconstituables dans l'eau destinée aux traitement des diarrhées, dans les diètes (**Jenkins et al., 1977**), pour traitement des ulcères duodénale et gastrique. Elle réduit le taux de cholestérols dans le sérum (**Nicoll et al., 1990**), ainsi dans les grandes promesses dans le traitement des athéroscléroses (**Nagggar et al., 1992**), et des thromboses artérielles qui sont étroitement liées à l'élévation du taux de cholestérol dans le sang (**Hoagland et al., 1996; Cerda, 1993**).

III. Les hydrogels

3.1. Généralités et définition

Un gel hydrophile appelé hydrogel, est un réseau insoluble des chaînes de polymère réticulés qui sert de matrice pour tenir l'eau et l'absorber en grande quantité sans dissolution (**Tanaka, 1981 ; Shibayama et Tanaka, 1993**).

- chimiquement le gel se définit par l'existence d'un réseau continu.
- rhéologiquement, il se définit par la prédominance du comportement élastique.
- comportement visqueux, typiquement le gel est viscoélastique.

La **figure 7** représente quelques hydrogels :



Figure 7: les hydrogels (Anonyme N°3).

3.2. Propriétés générales des hydrogels

L'hydrogel étant influencé par un certain nombre de facteurs :

3.2.1. Facteurs Intrinsèques

- La rigidité de certains hydrogels augmente avec la dose de calcium (**Owens *et al.*, 1949**), l'interaction entre le calcium et le polymère augmente sa capacité à gélifier (**Kohn et Luknar, 1994**) et la façon dont le calcium est ajouté est également très importante (**Joseph *et al.*, 1949**).

- La présence des groupes amides dans la molécule du polymère la rend moins hydrophile, ce qui augmente sa capacité à gélifier (**May, 1990**), donc l'amidation augmente la capacité gélifiante.

3.2.2. Facteurs extrinsèques

- Quand le pH augmente, en général une plus grande quantité de calcium est requise : compte tenu de la plus faible dissociation des groupes carboxyliques diminuant ainsi la probabilité de liaison (**Eric Aubree, 2001**).
- Quand le pH est bas, les polymères acides comme la pectine réagissent plus rapidement avec le calcium libre du milieu et la réaction optimale est obtenue avec une quantité plus faible de calcium.
- Quand la force ionique augmente, les hydrogels obtenus sont plus rigides (**Eric Aubree, 2001**).
- L'addition de sucre augmente la force des hydrogels à base de polysaccharides (**Christensen, 1986**).
- La température de gélification est influencée par la **vitesse de refroidissement** ; plus elle est rapide, plus basse est la température de gélification(**figure8**) , (**Doesbourg, 1965**).

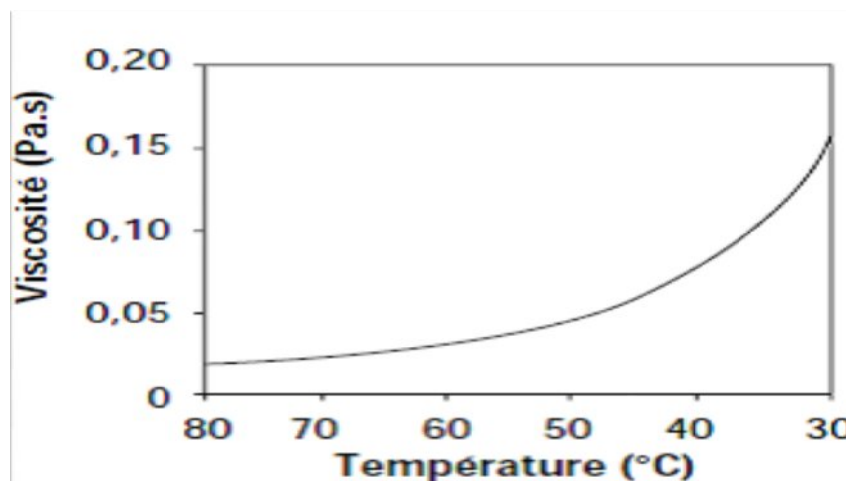


Figure 8 : Force de gel d'une pectine en fonction de la température (**Eric Aubree, 2001**).

3.3. Classification des d'hydrogel

3.3.1. Classification fondée sur la source

Les hydrogels peuvent être classés en deux groupes en fonction de leurs origines naturelles ou synthétiques.

3.3.2 Classification selon la composition polymérique

Le procédé de préparation conduit à des formations de certaines classes importantes d'hydrogels. Ceux-ci peuvent être illustrés de la manière suivante (**Wen zhao et al., 2013**):

3.3.2.1. Hydrogels homopolymères

Réseau de polymères dérivé d'une seule espèce de monomère, qui est une unité structurale de base d'un réseau polymérique. Les homopolymères peuvent avoir une structure de squelette réticulée selon la nature de la technique de la polymérisation de monomères (**Takashi et al., 2007**).

3.3.2.2. Hydrogels copolymères

Sont constitués de deux ou plusieurs espèces différentes de monomères, avec au moins un composant hydrophile, disposé dans une configuration aléatoire, en bloc ou en alternance le long de la chaîne du réseau de polymères.

3.3.2.3. Multipolymère

Multipolymère, une importante classe d'hydrogels, est composé de deux polymères réticulés indépendants, naturels ou synthétiques. Dans les hydrogels semi-multipolymère, un composant est un polymère réticulé et un autre composant est un polymère non-réticulé (**Maolin et al., 2000 ; Hacker et al., 2011**).

3.3.3. Classification en fonction du type de réticulation

3.3.3.1. Classe d'hydrogels physiques

Hydrogels physiques ou pseudogels et sont provisoires présentent des connexions ou nœuds de réticulation non permanents. Les chaînes des polymères sont reliées par des interactions de faible énergie, les associations se cassent et se reforment continuellement. Les nœuds de réticulation fournissent alors au gel un caractère dit "transitoire" solution/gel" dans les deux sens.

3.3.4.2. Classe d'hydrogels chimiques

Sont constitués de chaînes de polymères liées entre-elles par des liaisons covalentes, fournissant alors un caractère dit "permanent" aux nœuds de réticulation et donc aux gels. Ils ne dépendent donc pas des facteurs extérieurs (température, pH, concentration, déformation mécanique...).

On peut aussi classer les hydrogels selon la présence ou l'absence de charge électrique situé sur les chaînes réticulées :

- ✓ Non ionique (neutre) ;
- ✓ Ionique (anionique ou cationique) ;
- ✓ Électrolyte amphotère (ampholyte) contenant à la fois des groupes acides et basiques.

Les hydrogels commerciaux sont en majorité préparés à partir des polymères synthétiques et rarement avec des polymères naturels tels que la pectine, comme on peut avoir des hydrogels avec des combinaisons des deux classes.

Les hydrogels ont reçu une attention considérable au cours de ces dernières années, en raison de leur potentiel exceptionnel dans une large gamme d'applications (**Buchholz FL et al., 1998 ; Li Yuhui et al., 2013**).

Les hydrogels sensibles ont la capacité à détecter des changements de pH, la température ou la concentration de métabolite et libèrent leur charge à la suite d'un tel changement et cette propriété laisse place à une large innovation de la part des chercheurs.

La **figure 9** résume la classification des hydrogels :

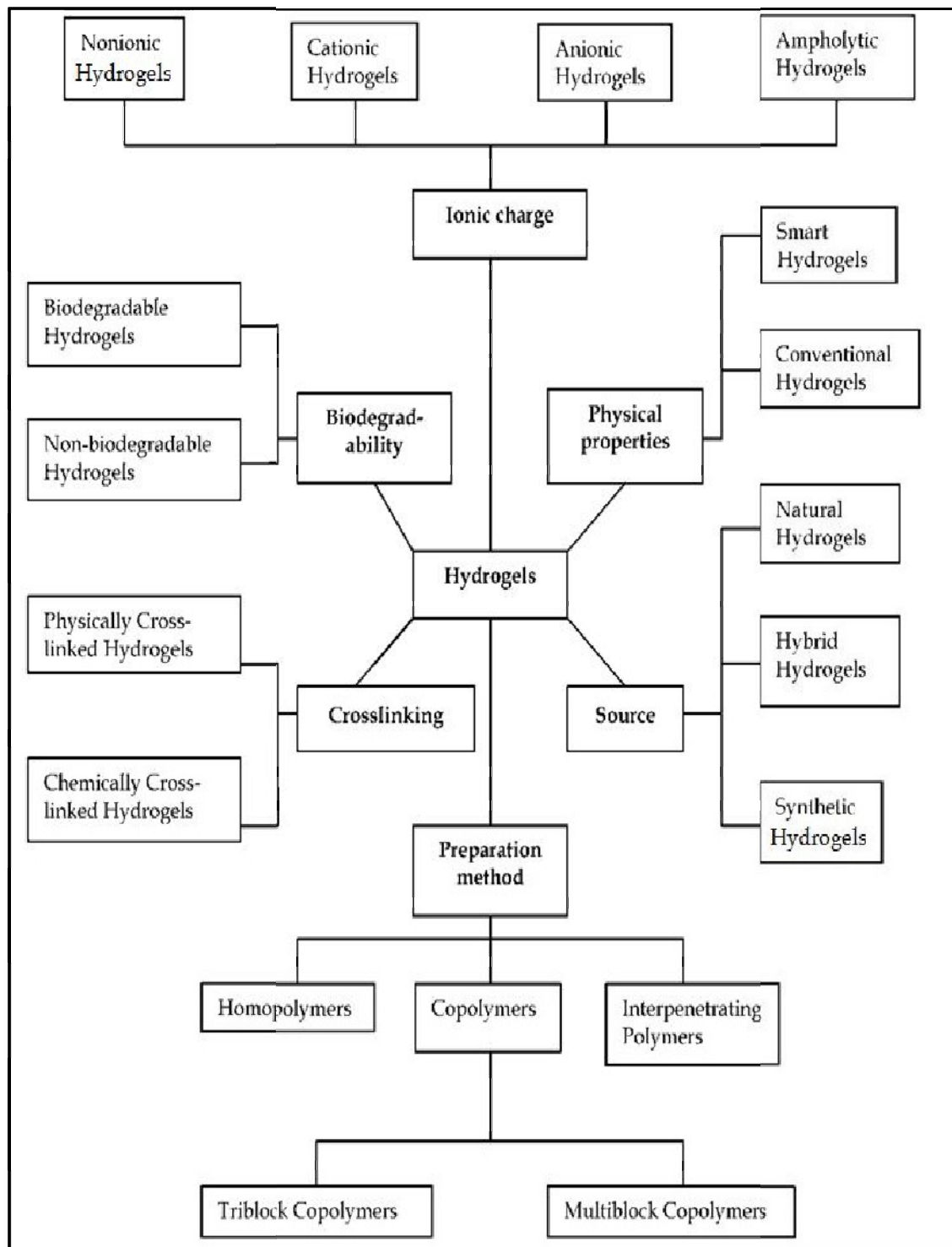


Figure n° 9 : la classification des hydrogels.

partie pratique

Matériel et Méthodes

IV.1. Matériel végétal

4.1.1. Récolte de la figue de barbarie

La présente étude a été réalisée sur une variété de figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*) récoltée dans la région de Tazmalt wilaya de Béjaïa, vers juin à 8 heures du matin à une température de 30°C.

4.1.2. Séchage et préparation de la matière première

Les raquettes sont nettoyées et lavées avec l'eau pour éliminer les poussières et les saletés, puis séchées à l'air libre et au soleil pendant 3 mois. La période de séchage se déroulera durant les mois de juin, juillet et août. Durant cette période, les données climatiques sont favorables au séchage. En effet, l'ensoleillement est d'environ 350 heures par mois. C'est un système de séchage peu coûteux. Par la suite, les raquettes sèches sont coupées et broyées avec un broyeur. Finalement, la poudre de granulométrie fine (< 125µm) a été récupérée par tamisage, la poudre fine est conservée dans un flacon hermétique (**figure 10**).

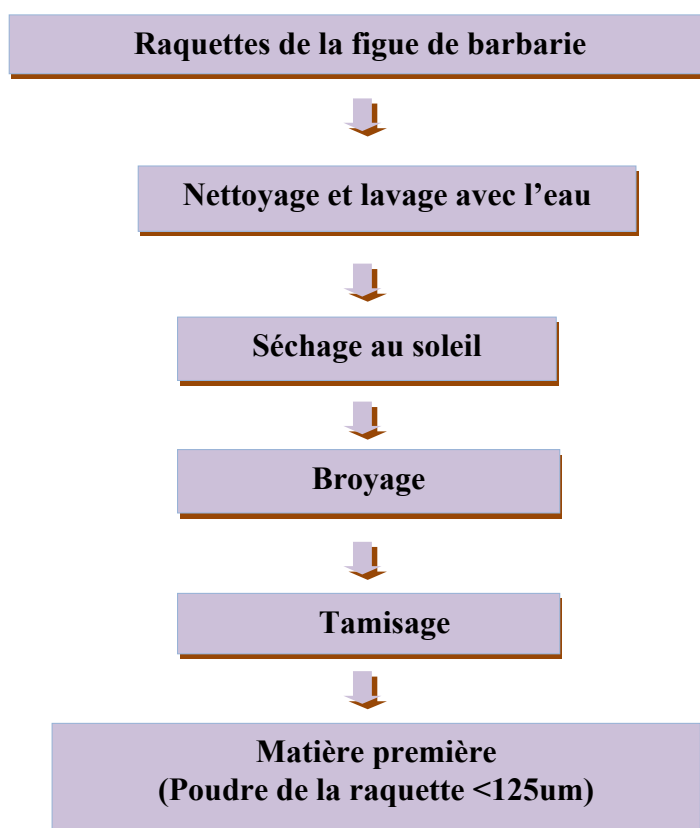


Figure 10: Etapes d'obtention de la poudre fine des raquettes de la figue de barbarie.

4.2. Extraction des pectines

Le problème principal auquel est confronté l'expérimentateur est celui de la richesse chimique de la paroi cellulaire végétale, qui se traduit par la grande diversité structurale des macromolécules, essentiellement polysaccharidique, qui y sont présente. Les protocoles à utiliser doivent donc être suffisamment sélectifs pour permettre l'extraction privilégiée des pectines.

Il n'existe pas à proprement parler un protocole universel d'extraction des pectines et un grand nombre de pratiques reposent sur un savoir-faire propre à chaque laboratoire (Voragen *et al.*, 1995).

4.2.1. Extraction conventionnelle

C'est une opération très ancienne, utilisée dans plusieurs domaines, en agro-alimentaire, en pharmaceutique et en parfumeries... Ainsi l'application de l'extraction solide-liquide est très vaste.

Le transfert ou l'échange de matières entre une phase solide (la matière à extraire), et une phase liquide (le solvant d'extraction). Les constituants recherchés peuvent être soit le soluté, soit le résidu.

L'extraction solide-liquide est régie par des phénomènes très complexes dont l'analyse complète sortirait largement du cadre de ce projet. On se limitera à des renseignements simples d'ordre théorique permettant de comprendre les principaux processus opératoires.

Les étapes d'extraction des pectines par la méthode classique sont présentées dans la **figure 11** :

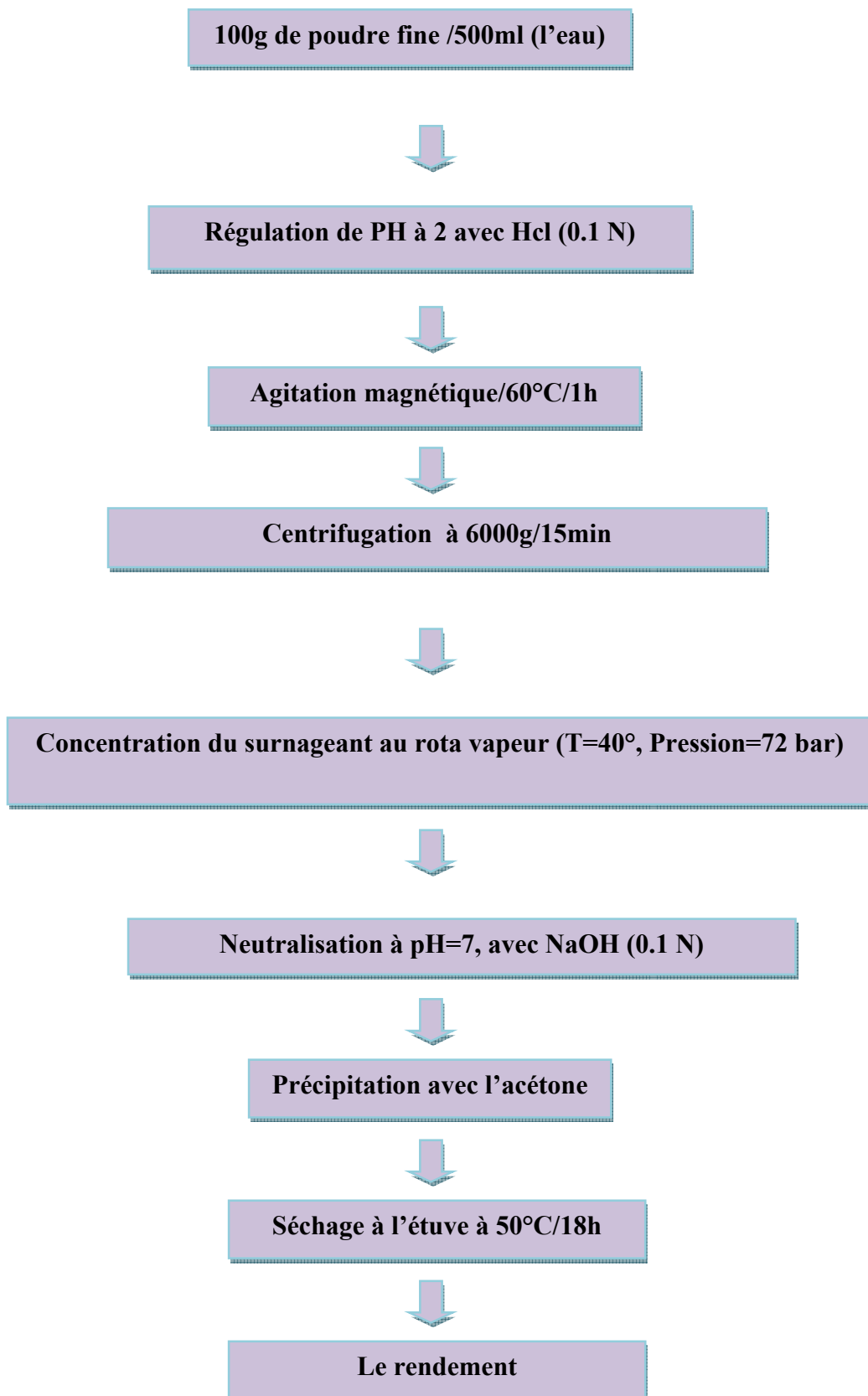


Figure 11: schéma d'extraction de pectine.

4.2.2. Extraction hydrique assistée par miCaro-ondes

Cette technique a d'abord été utilisée pour l'extraction de nombreuses classes de composés tels que les arômes, les antioxydants, les colorants, les bio-phénols et autres métabolites secondaires et primaires ont été extraits de manière efficace, en termes de rapidité et de reproductibilité sur une large gamme de matrices.

La technique a été brevetée en 1990 par l'équipe canadienne de Paré, et porte sur « l'extraction de produits naturels assistée par miCaro-ondes ». Ils proposaient d'irradier le matériel végétal en présence d'un solvant transparent aux miCaro-ondes tel que l'hexane. Ainsi les miCaro-ondes atteindraient directement les systèmes glandulaires et vasculaires du végétal. Dans tous les essais réalisés, le rendement et la composition des extraits obtenus par miCaro-ondes sont comparables avec ceux obtenus avec des méthodes classiques telles que le Soxhlet, mais on note une réduction du temps d'extraction.

Les étapes d'extraction des pectines par miCaro-onde sont présentées dans la **figure 12** :

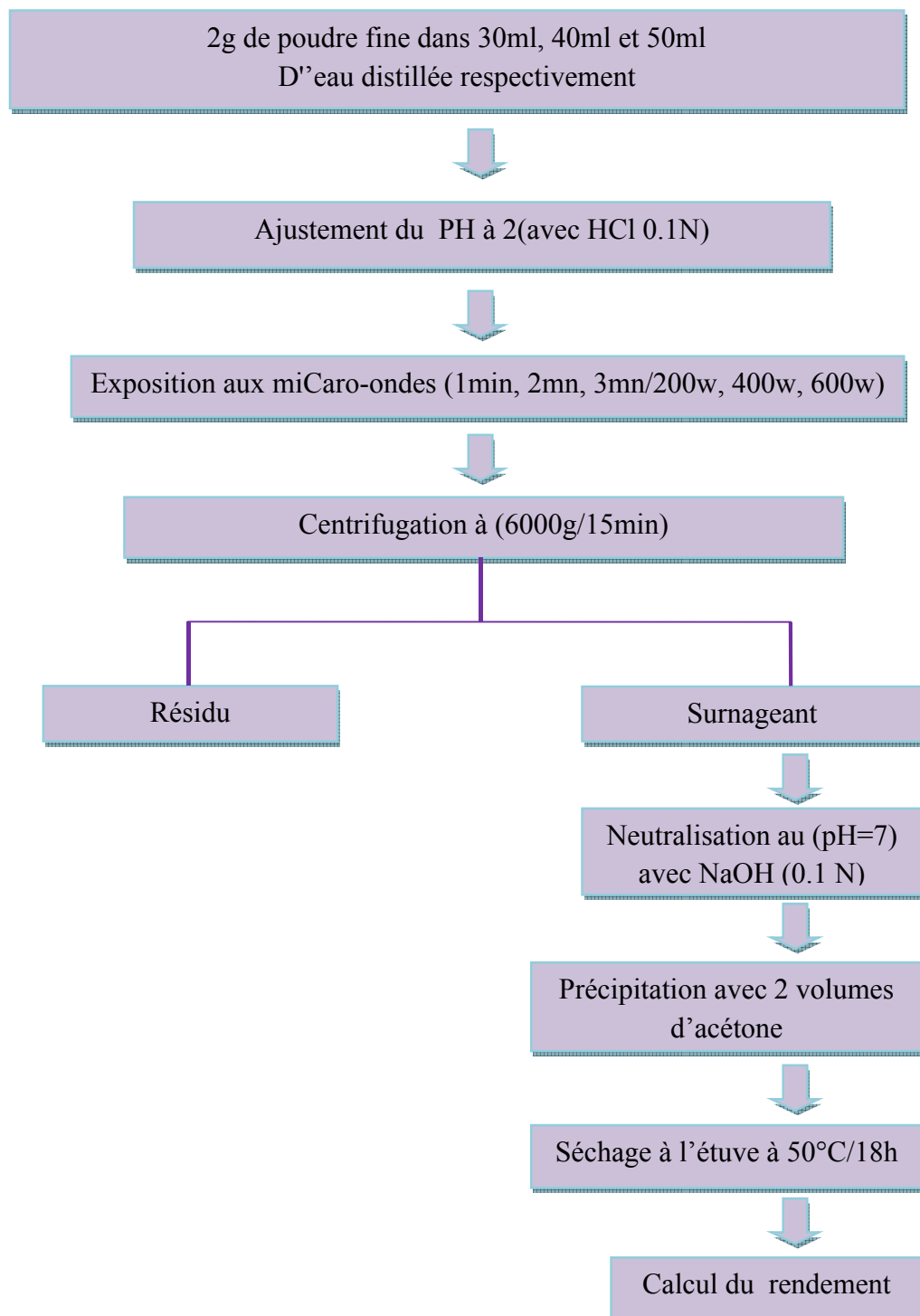


Figure 12: protocole de l'extraction de la pectine par miCaro-onde.

4.2.2.1. Optimisation des paramètres d'extraction de la pectine par plan d'expérience

Tableau III: La matrice du plan d'expérience BBD,(Box behenken design).

Temps (min)	Puissance (w)	pH	Ratio (2g /xml)
1	200	1,5	50
2	600	2,25	40
3	200	1,5	50
2	200	2,25	40
3	600	3	30
2	400	1,5	40
1	400	2,25	40
3	200	1,5	30
3	200	3	30
2	400	2,25	40
3	200	3	50
1	200	1,5	30
1	600	3	50
1	200	3	50
1	600	1,5	50
3	600	1,5	30
3	400	2,25	40
1	600	3	30
1	200	3	30
2	400	3	40
2	400	2,25	40
2	400	2,25	40
3	600	1,5	50
3	600	3	50
2	400	2,25	40
2	400	2,25	50
1	600	1,5	30
2	400	2,25	40
2	400	2,25	30

4.3. La Viscosité des pectines

➤ Principe

La mesure de la viscosité consiste à appliquer une force de mouvement à un produit, selon **Leroux et Schubert (1983)**, la viscosité des pectines est inférieure à la plus part de celle des autres gomme, il est donc rare d'utiliser les pectines pour augmenter la viscosité d'un produit.

La viscosité des pectines est en fonction de leurs :

- Concentration.
- Masse moléculaire.
- Degré de méthylation.
- Présence d'électrolytes.
- pH

4.3.1. Mesure de la viscosité des pectines

4.3.1.1. Mesure des viscosités de la pectine native en fonction de temps

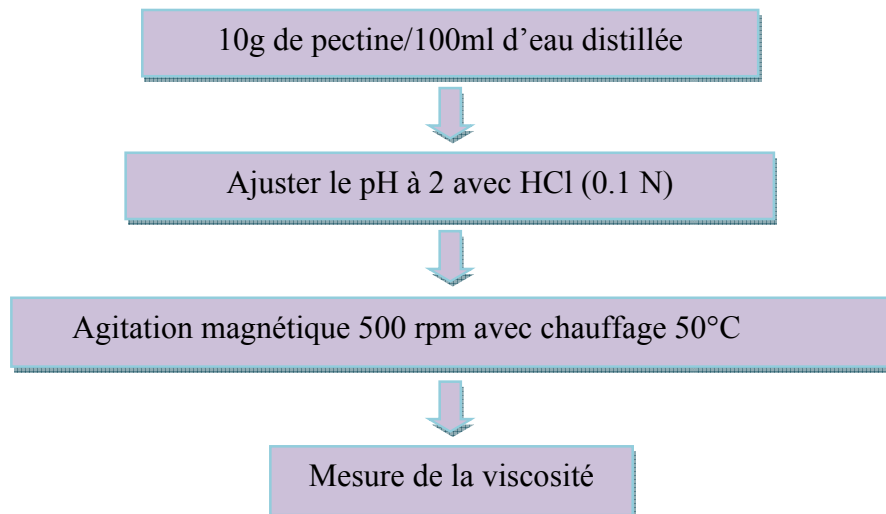


Figure 13: Protocole de mesure de la viscosité des pectines native.

La viscosité a été déterminée avec un viscosimètre SNB₁ digital à ces paramètres suivants :

- T° : 23°C.
- Rotation 60 rpm.
- Sonde : S₃.

La viscosité a été déterminée en suivant les étapes de Carites dans la figure précédente (**figure 14**), à partir de 10min de la préparation de notre échantillon jusqu'à 90 min.

4.3.1.2. La viscosité des pectines saponifiées.

➤ Principe

Il s'agit d'une activité de déméthylation de la pectine qui entraîne l'apparition de groupements carboxyliques libres au niveau des acides galacturoniques constitutifs des chaînes.

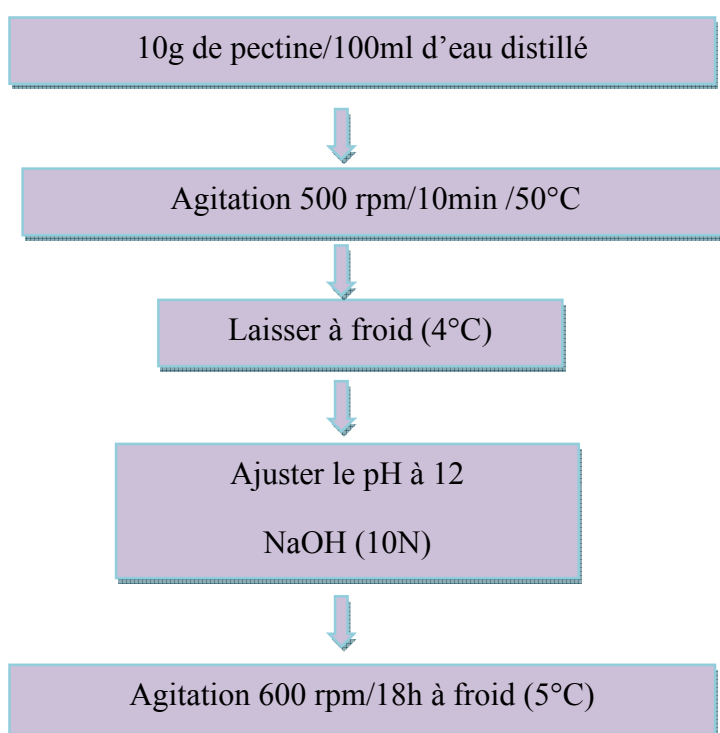


Figure 14: protocole de saponification de la pectine.

4.4. Conditions optimales de gélification des pectines

Les pectines sont largement répandues pour leurs propriétés épaississantes et gélifiantes dans beaucoup d'aliments, ainsi que dans les applications industrielles et pharmaceutiques. Ces applications sont liées aux propriétés rhéologiques complexes des produits.

La gélification dépend de certaines conditions bien définies (**Michel, 2002**) :

- De la teneur en pectines ;
- Du pH ;
- la Température ;
- De la concentration en sel (CaCl_2).

Un équilibre entre ces facteurs permet une bonne gélification.

4.4.1. Détermination de la viscosité de pectine saponifiée après l'ajoute de CaCl_2 :

CaCl_2 : 10%	—————>	1mM $10 \times 5.2\text{mg} = 0.052\text{mg}$
CaCl_2 : 12%	—————>	2mM $2 \times 0.052\text{mg} = 0.104\text{mg}$
CaCl_2 : 14%	—————>	4mM $2 \times 0.104\text{mg} = 0.208\text{mg}$
CaCl_2 : 16%	—————>	6mM $2 \times 0.208\text{mg} = 0.416\text{mg}$
CaCl_2 : 18%	—————>	8mM $2 \times 0.416\text{mg} = 0.832\text{mg}$

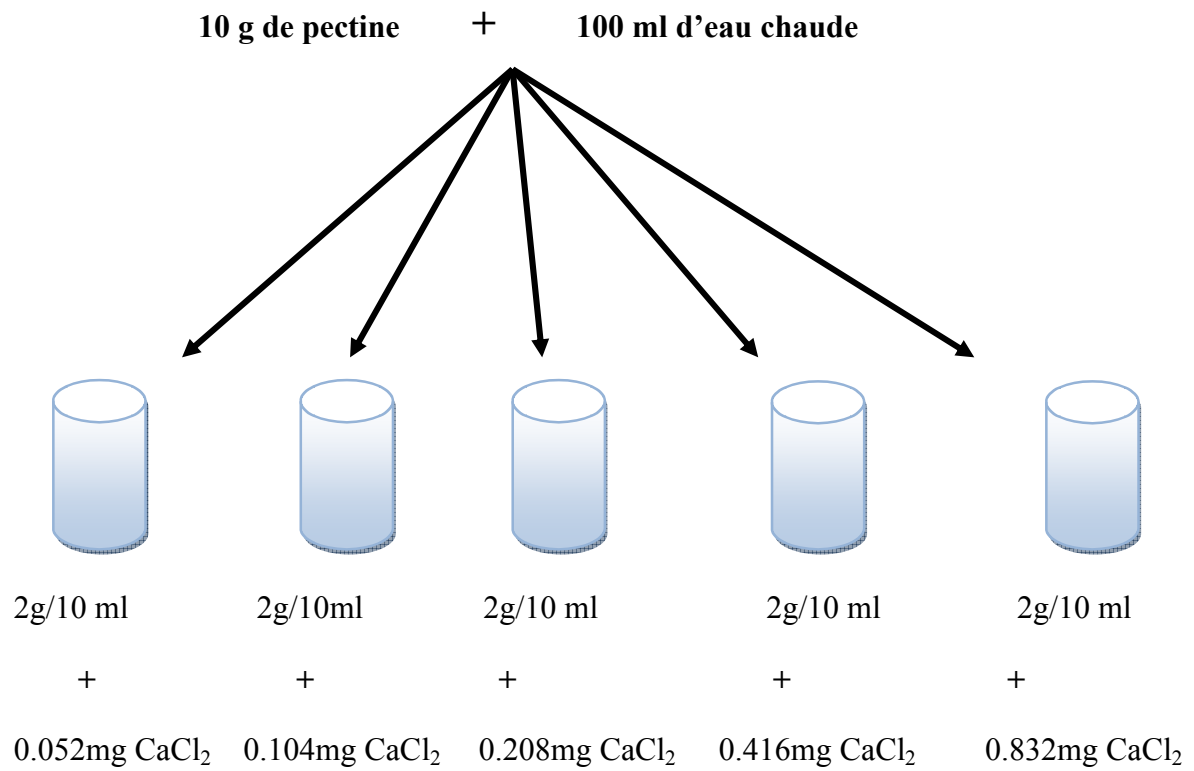


Figure 15 : schéma générale de la détermination de la viscosité de pectine saponifiée après l'ajoute de CaCl_2 .

5. la gélification du mélange pectine/carraghénane/TSMP (PCT)

Détermination de la viscosité des pectines saponifier et non saponifier après l'ajoute de carraghénane Car et du Caross-linker (TSMP) (tableau IV).

Tableau IV: viscosité de PCT en fonction de la concentration de Car et TSMP.

Echantillons	Pectine (%)	Car (%)	TSMP (%)
1	75	12,5	12,5
2	50	25	25
3	66	17	17
4	100	0	0
5	80	20	0
6	66	0	34
7	80	0	20
8	100	0	0
9	75	12,5	12,5
10	66	34	0
11	75	12,5	12,5

5.1. Les facteurs influençant sur la viscosité du mélange pectine/carraghénane :

- 1) concentration du Car.
- 2) PH.
- 3) la température.

5.1.1. Effet de concentration de Car:

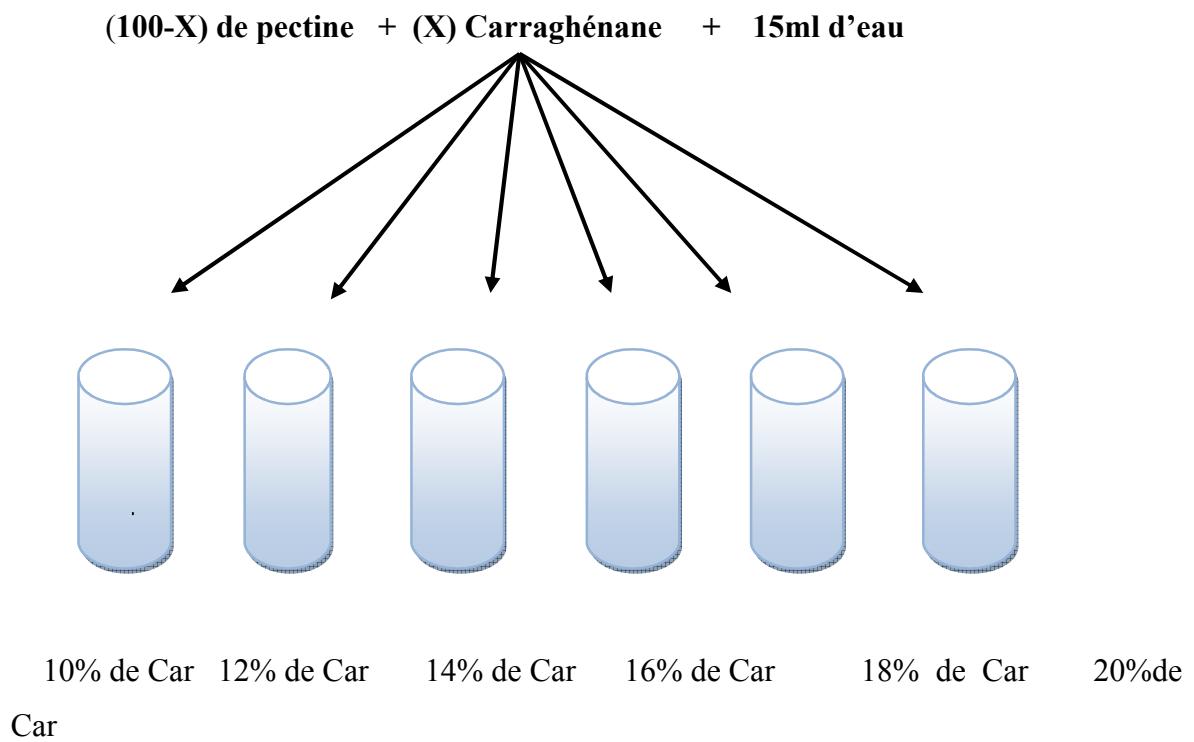


Figure 16 : schéma générale sur l'effet de la concentration de Car sur la viscosité des pectines.

5.1.2. Effet du pH

Le pH de la pectine est mesuré à l'aide d'un pH-mètre « HANNA » (Friedrich, 2001).

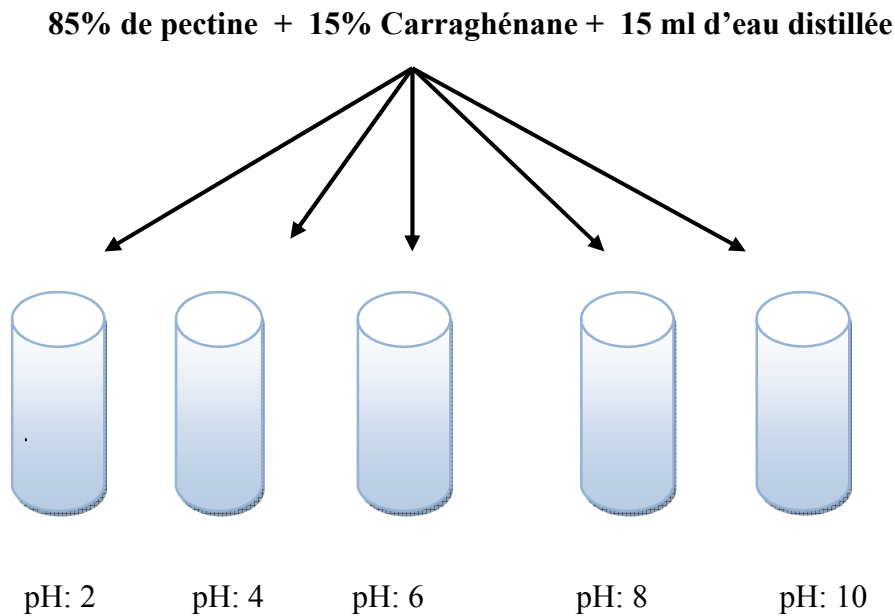


Figure 17 : schéma générale sur l'effet de pH sur la viscosité des pectines.

5.1.3. Effet de la température

➤ principe

La température permet généralement l'augmentation de la solubilité, la diffusion de soluté et la diminution de la viscosité de la solution (voire **la figure 20**).

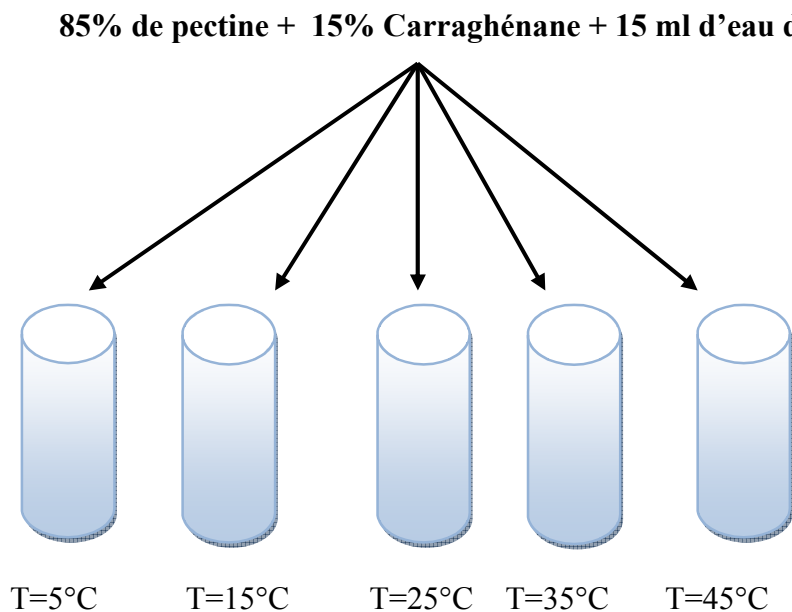


Figure 18: schéma générale sur l'effet de pH sur la viscosité des pectines.

Résultats et Discussion

V. Résultats et discussion

5.1 .Extraction conventionnelle

Le rendement en pourcentage est déterminé par le poids de la pectine sèche obtenue, par rapport au poids de la matière première sèche (poudre fine de la raquette de la figue de barbarie).

Les résultats d'extraction conventionnelle de la pectine de la figue de barbarie (raquette) sont récapitulés dans le tableau ci-dessous :

Tableau V: résultats d'analyse de pectine de la figue de barbarie (raquette) :

Ratio(g)	eau (ml)	Rendement%
100	2000	7,1
100	1500	7,6
100	1000	9,76
100	500	10,25

Wang et al., 2008 ont étudié le rendement de pectines sur des variétés d'agrumes et des dattes, cette étude confirme qu'il y a une variation de la teneur en pectine d'une variété à une autre.

D'après les données du **tableau V** et **Wang et al., (2008)**, nous pouvons classer les écorces d'orange parmi la catégorie des biomasses très riches en pectine (**25.75 à 35.71 %**) et les raquettes (**8.7 ± 1.3%**) sont moyennement riche en pectines, loin de dattes (**3.61 à 3.72 %**) parmi les fruits pauvres en pectines.

Nous remarquons que le rendement est relatif au matériel végétal et à la méthode utilisée pour l'extraction.

5.2. Extraction avec miCaro-onde et optimisation des conditions d'extraction

Le rendement en pectine dépend du type de la matière première, des méthodes et techniques d'extraction, la variété, et le stade de la maturité peut aussi affecter la quantité et la qualité de la pectine extraite (**Kar et al., 1999**).

L'objectif de notre étude est l'optimisation du rendement d'extraction de la pectine à partir des raquettes de la figue de barbarie.

Dans le but d'étudier les composés bioactifs, les industries utilisent le plus souvent la méthode d'extraction par solvant à partir du matériel végétal (**Barzana et al., 2002**).

Récemment, l'extraction assistée par miCaro-ondes est utilisée comme une méthode d'extraction à l'échelle du laboratoire, car elle offre plusieurs avantages, tels que la consommation réduite d'énergie, de faibles quantités de solvants organiques, ce qui réduit les quantités de déchets et permet d'obtenir de meilleur rendement par rapport aux méthodes classiques d'extraction (**Grigonis et al., 2005**).

L'efficacité de l'extraction est tributaire de plusieurs facteurs dont la nature et volume de solvant, la nature des composés à extraire, pH et la température d'extraction (**Owen et Johns, 1999**).

l'extraction par miCaro-onde est très influencée par le choix des paramètres d'extraction entre autres, le solvant, le temps d'extraction, le ratio solide/liquide le pH et la puissance des miCaro-ondes.

5.2.1. Analyse des résultats

Un plan d'expériences est une suite d'essais rigoureusement organisés, afin de déterminer avec un minimum d'essais et un maximum de précision, l'influence respective des différents paramètres de conception ou de fabrication d'un produit, afin d'en optimiser les performances et le coût. Afin d'optimiser l'extraction des pectines à partir des raquettes de la figue de barbarie, quatre facteurs (temps, puissance, pH, ratio ml) sont pris en considération. Les facteurs choisis dans la présente étude sont :

- X_1 : Le temps d'extraction [1mn-3min] ;
- X_2 : La puissance [200W-600W] ;
- X_3 : Ratio [30 ml-50 ml] ;
- X_4 : Le PH [1,5- 3].

Les résultats d'extraction des pectines par miCaro-onde sont représentés dans le tableau VI:

Tableau VI: résultats de la matrice d'extraction

Temps (min)	Puissance (w)	pH	Ratio(2g/xml)	Rendements %
1	200	1,5	50	9
2	600	2,25	40	10
3	200	1,5	50	13
2	200	2,25	40	10,9
3	600	3	30	11
2	400	1,5	40	15
1	400	2,25	40	11,45
3	200	1,5	30	8
3	200	3	30	12,5
2	400	2,25	40	10,7
3	200	3	50	10,9
1	200	1,5	30	10,8
1	600	3	50	10,9
1	200	3	50	14
1	600	1,5	50	10,55
3	600	1,5	30	17
3	400	2,25	40	9,5
1	600	3	30	15
1	200	3	30	10
2	400	3	40	10,85
2	400	2,25	40	11,2
2	400	2,25	40	10
3	600	1,5	50	14
3	600	3	50	16,5
2	400	2,25	40	10
2	400	2,25	50	7,5
1	600	1,5	30	10
2	400	2,25	40	11,15
2	400	2,25	30	9

➤ **Analyse de modèle mathématique**

Dans l'absolu, le choix d'un plan d'expérience n'as pas de sens tant qu'il n'est pas subordonné au choix préalable d'un modèle mathématique. Les modèles les plus classiques sont les modèles polynomiaux, le plus souvent de degré inférieur ou égal à deux (**Tinsson, 2010**).

Le modèle mathématique utilisé avec le plan de Box-Behenken pour quatre facteurs est un modèle du second degré classique, volontairement simplifié par élimination des effets d'interaction jugés non significatifs dans l'analyse, ce qui permettra de manipuler plus facilement cette expression réduite tout en gardant une qualité d'ajustement quasiment similaire (**Tinsson, 2010**).

D'après les résultats de l'étude, les valeurs des coefficients significatifs et la fonction qui régit l'optimisation d'extraction des pectines à partir des raquettes du figuier de barbarie étudiées, sont alors bien connues. Le modèle mathématique du plan Box-Behenken de la présente étude peut être représenté par la relation suivante :

$$Y = 11,38 + 0,91X_1 + 0,69X_2 - 0,22X_3 - 0,14X_4 + 0,12X_1X_2 - 0,38X_1X_3 + 0,48X_1X_4 - 0,08X_2X_3 + 0,05X_2X_4 + 0,03X_3X_4 + 0,51X_1^2 - 0,63X_2^2 + 1,2X_3^2 - 0,83X_4^2 + E$$

➤ **Surfaces de réponse et effets d'interaction**

Les résultats de l'étude des interactions des quatre variables (X_1 , X_2 , X_3 et X_4), montrent l'existence de deux interactions significatives sur l'extraction des pectines de raquettes du figuier de barbarie.

L'interaction X_1X_2 (temps d'extraction / puissance) est significative avec une probabilité de l'ordre $P=0.07218$, suivie par l'interaction X_1X_4 (temps d'extraction / ratio) avec une probabilité de l'ordre de 0.1708.

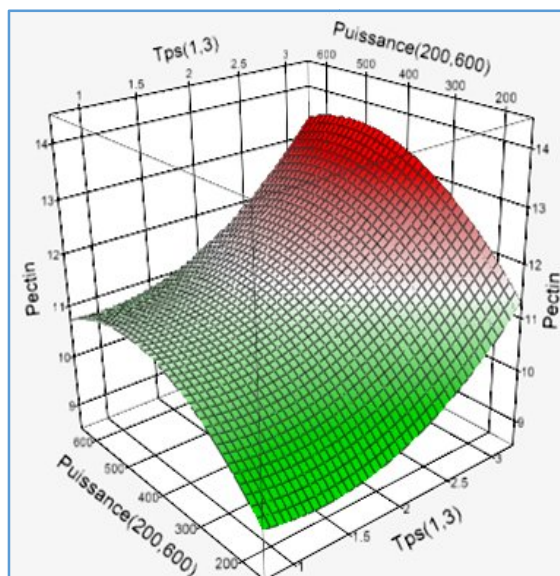


Figure 19: Surface de réponse
Pour l'interaction temps-puissance.

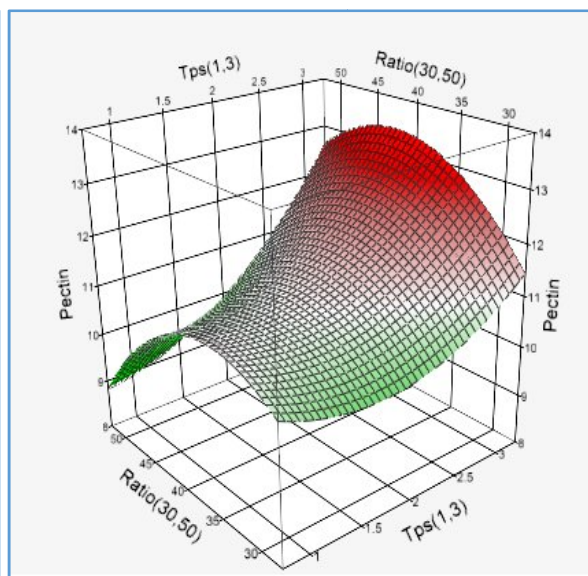


Figure 20 : Surface de réponse
Pour l'interaction temps-ratio.

La surface de réponse (**figure 19**) montre que le rendement d'extraction des pectines augmente avec l'augmentation de temps (3min) et les valeurs centrales des puissances (proche de 400W).

La surface de réponse (**figure 20**) montre que le rendement augmente avec l'augmentation de temps et aux valeurs très proches du niveau central du ratio (40 ml).

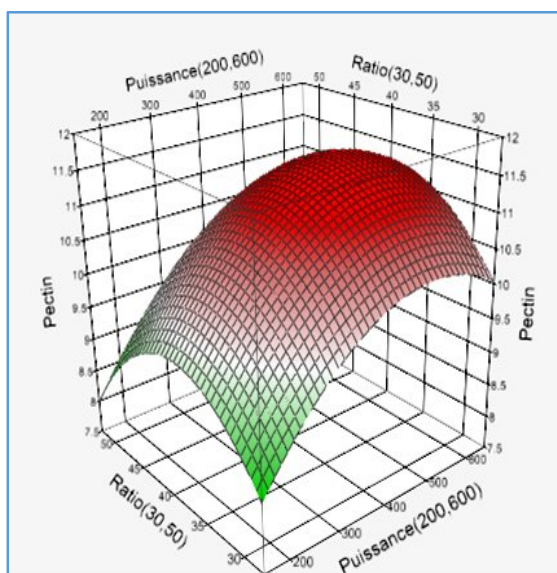


Figure 21 : Surface de réponse
Pour l'interaction puissance-ratio.

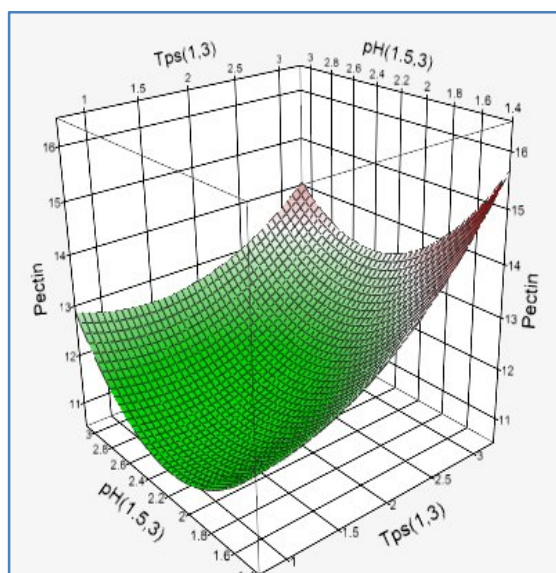


Figure 22 : Surface de réponse
Pour l'interaction temps-pH.

La surface de réponse (**figure 21**), montre l'interaction de puissance et le ratio, elle illustre que le rendement des pectines augmente aux valeurs très proche au centre pour les deux facteurs puissance et ratio.

La surface de réponse (**figure 22**), de l'interaction temps / pH, montre que le rendement augment avec l'augmentation de temps et l'augmentation de l'acidité de milieu.

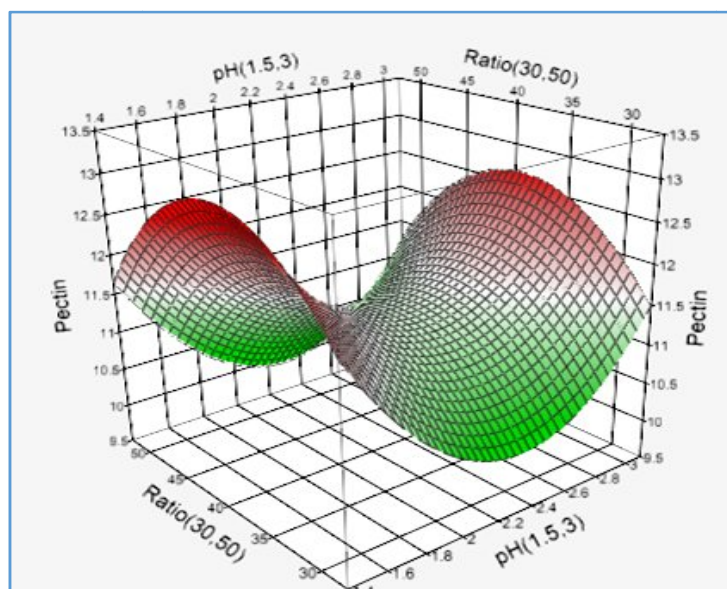


Figure 23 : Surface de réponse Pour l'interaction puissance-ratio.

La surface de réponse (**figure 23**), de l'interaction ratio / pH, montre que le rendement augment avec l'augmentation de temps (3min) pour les valeurs de pH proches du centre (1,5). Cependant, le rendement augmente avec les pH les plus faibles quand la valeur du ratio augmente.

La plus grande valeur en rendement a été obtenue à une puissance (400W), ratio de 40 ml. On constate que le ratio est le facteur qui influence de plus sur le rendement d'extraction des pectines suivrez par le temps, pH, puissance.

5.2.2. Paramètres optimaux

Cette étude montre qu'un modèle polynomial d'ordre deux complet peut modéliser correctement le phénomène étudié. Il apparait que les conditions expérimentales optimales, c'est-à-dire celles conduisant à une maximation du rendement d'extraction des pectines sont obtenus au sein de domaine expérimental.

Les conditions d'extraction optimale identifiées, par l'utilisation de logiciel JMP, sont représentées dans le **tableau VII** :

Tableau VII: conditions optimales d'extraction des pectines.

Variable	Valeur Caritique
Tps(1,3)	1 ,1981934
Puissance(200,600)	490,81156
pH (1.5,3)	2,2356343
Ratio(30,50)	36,988893

5.3. Gélification et évolution de la viscosité

5.3.1. Pectine native

➤ Viscosité des pectines en fonction de temps

Les résultats de la viscosité de la pectine native sont représentés dans la figure suivante :

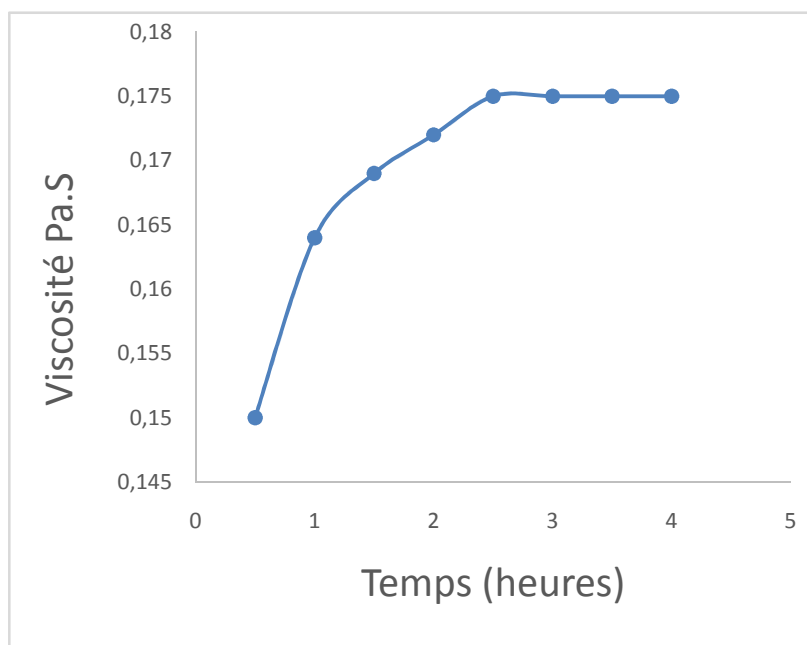


Figure 24 : les viscosités des pectines natives en fonction de temps.

D'après les résultats obtenus, représentés dans la **figure 24**, une augmentation de temps de 30 min à 2.5h entraîne une légère augmentation de la viscosité des pectines natives (0.15 à 0.175 Pa.S).

Cependant une prolongation de temps 2,5h, la viscosité de la pectine native reste stable.

La viscosité de la pectine ne dépend pas de temps. Selon **Leroux et Schubert (1983)**, il est rare d'utiliser la pectine pour augmenter la viscosité d'un produit.

5.3.2. Pectine saponifiée

Les résultats de la viscosité des pectines saponifiées sont représentés dans la **figure 25** :

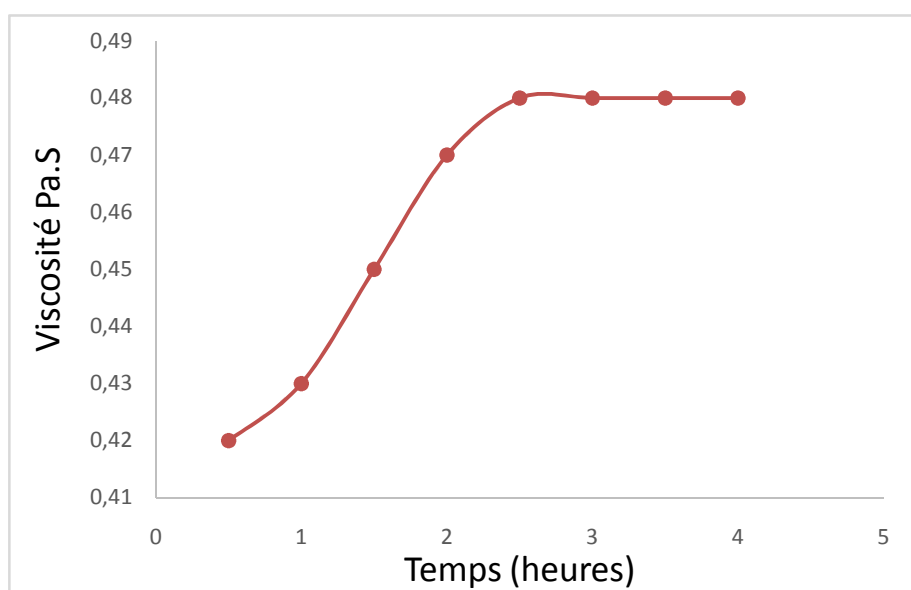


Figure 25 : la viscosité des pectines saponifiées en fonction de temps.

Une augmentation de temps de 30min à 2.5h entraîne une augmentation très légère de la viscosité des pectines natives (0.42 à 0.480 Pa.S).

A partir de 3h il a été suggéré une stabilité de la viscosité des pectines à une valeur de 0.478 Pa.S.

On constate qu'avec le temps la viscosité des pectines saponifiées étaient deux fois supérieures à celles obtenus avec la pectine native en raison de son DM qui est plus faible que le DM des pectines native, puisque, la saponification provoque la réduction de DM (Lo et al., 2002).

La comparaison des résultats des viscosités des pectines natives et saponifiées montre que les propriétés importantes de la pectine en rhéologie sont directement liées au degré de méthylation (DM).

5.3.2.1. La viscosité de Pectine saponifiée en présence du Ca^{++}

Les résultats de la viscosité des pectines saponifiées en fonction de la concentration en Ca^{++} sont représentés dans la **figure 28**:

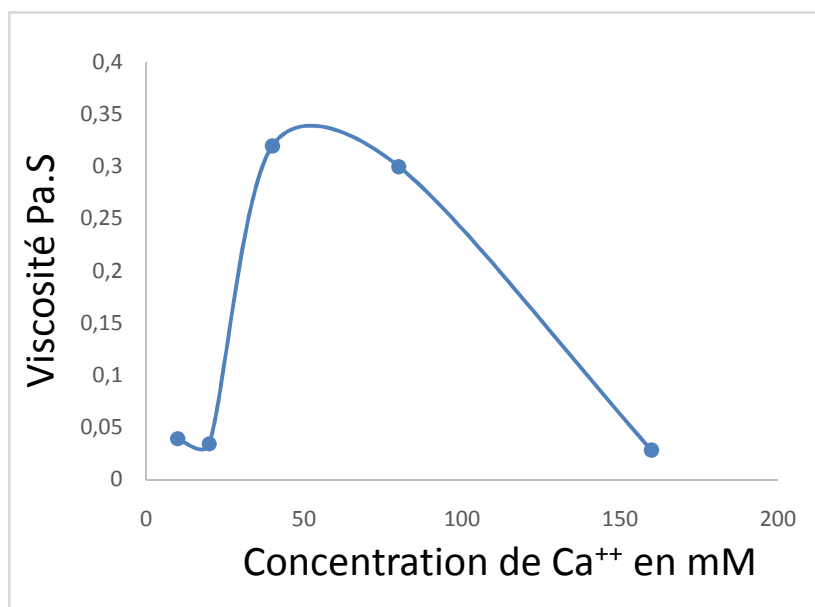


Figure 26: la viscosité des pectines saponifiées en fonction de la concentration en Ca^{++}

Les résultats de la viscosité de pectines saponifiées après l'ajout de Ca^{++} sont représentés ci-après :

Pour une concentration en Ca^{++} comprises entre 10 à 30 mM la viscosité est minimale pour des pectines saponifiées.

Une augmentation très importante de la viscosité est enregistrée pour atteindre les valeurs maximales pour les concentrations en Ca^{++} comprises entre 40 et 100 mM. La plus haute viscosité (0.34 Pa.S) était atteinte pour une concentration de 50 mM, puis diminuait

vers des valeurs inférieures jusqu'à 0.05 Pa.S pour les concentrations supérieures à 100mM.

En cas de pectines faiblement méthylées, ils peuvent former un gel en présence des ions de Ca^{++} et cette gélification dépend de la concentration en ions Ca^{++} .

Lorsque deux portions de chaînes sont constituées d'acide galacturonique non méthylé, elles peuvent se lier en présence de cations bivalent qui peut se lier à 9 oxygènes électro-négatifs et assurer ainsi la liaison entre 2 chaînes de pectines, ces chaînes peuvent ainsi se lier et les pectines forment alors un gel (Axelos et Thilbault, 1991), comme il est représenté ci-après :

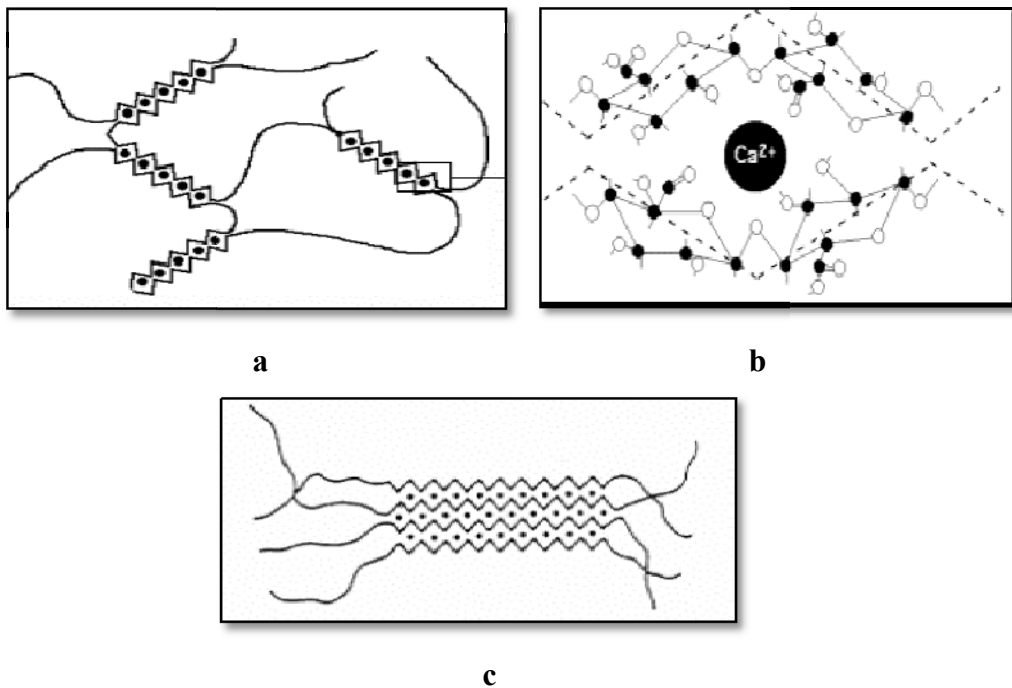


Figure 27 : Représentation schématique de la gélification des pectines avec le Ca^{++} .

5.3.3. L'effet de la concentration de Carraghénane et TSMP sur la viscosité des pectines saponifiées et natives.

5.3.3.1. Pectine native

Les résultats de la viscosité de la pectine native après l'ajoute de Car et TSMP sont représentés ci-après :

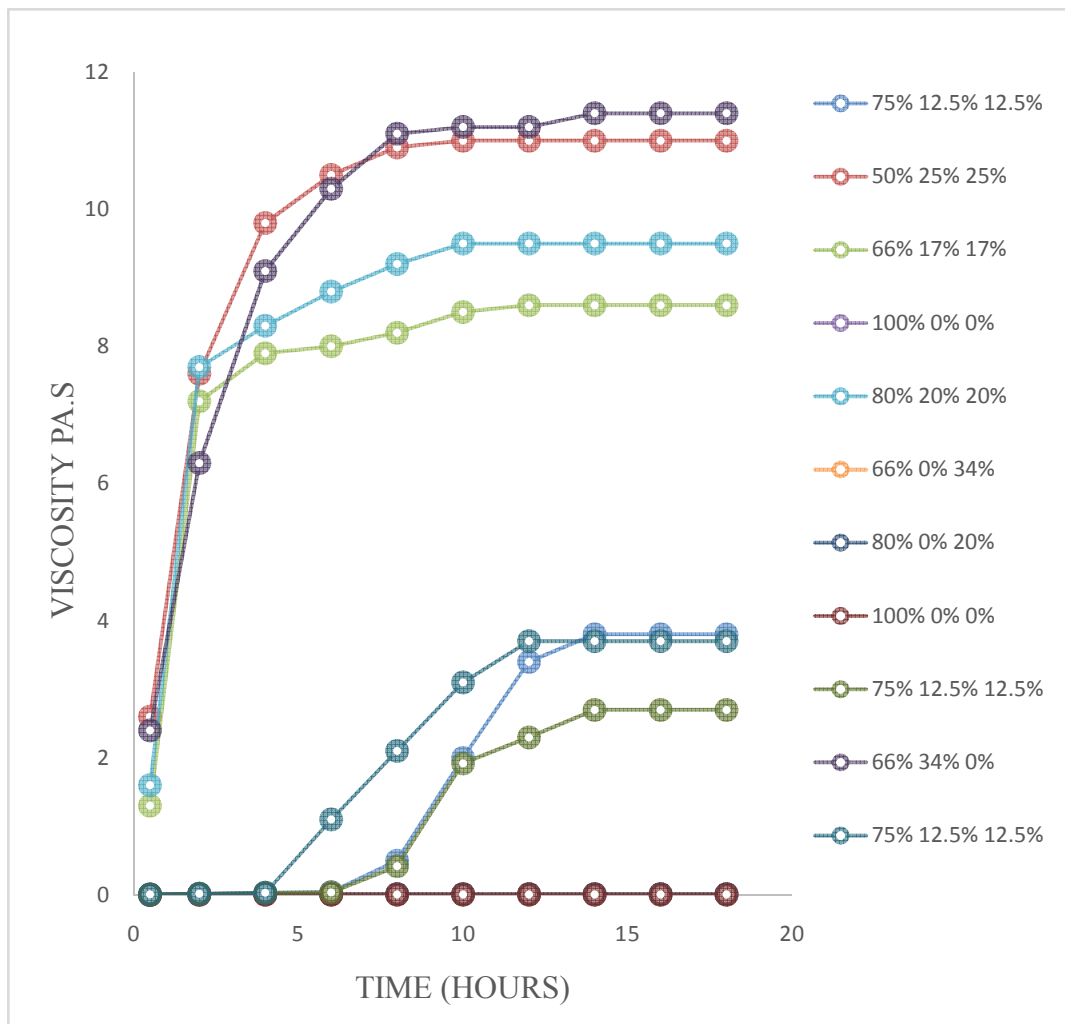


Figure 28: résultats d'analyses de la viscosité de pectine native.

Tableau VIII: la variation de la viscosité des pectines native on fonction de la concentration de Car et TSMP.

Echantillons	pectine (%)	Car (%)	TSMP (%)	Viscosité pectine native
1	75	12,5	12,5	3.8
2	50	25	25	11
3	66	17	17	8.6
4	100	0	0	0.009
5	80	20	0	9.5
6	66	0	34	0.005
7	80	0	20	0.013
8	100	0	0	0.007
9	75	12,5	12,5	2.7
10	66	34	0	11.4
11	75	12,5	12,5	3.7

D'après la **figure 28** et **tableau VIII**, dans le cas de mélange qui est de 66% pectine, 34% Car et une concentration nulle en TSMP entraine à la formation d'un gel très rigide qui correspond à une viscosité très important (11Pa.S).

Les résultats obtenus à une concentration de 50% de pectine, 25% de Car et 25% de TSMP sont très similaires à ceux des résultats précédent, une légère diminution remarquable de la viscosité pour le mélange 80% de pectine 20 % Car et 0% de TSMP, alors que pour les mélanges contenant majoritairement de pectine (100%) ne peuvent pas former de gel dans ces condition.

Pour résumé, les concentrations élevées en Car qui est un agent épaississant (gomme) commercial peut être abaissée par l'ajout de TSMP.

5.3.3.2. Pectine saponifiée

Les résultats de la viscosité de la pectine saponifiée après l'ajoute de Car et TSMP sont représentés dans le **tableau IX** et **figure 29**:

Tableau IX: résultats d'analyses de la viscosité de pectine saponifiée.

Echantillons	pectine (%)	Car (%)	TSMP (%)	viscosité de pectinesaponifié
1	75	12,5	12,5	5.3
2	50	25	25	11.8
3	66	17	17	8.8
4	100	0	0	0.003
5	80	20	0	9.9
6	80	0	20	0.007
7	80	0	20	0.007
8	100	0	0	0.003
9	75	12,5	12,5	3.5
10	66	34	0	15.7
11	75	12,5	12,5	2,8

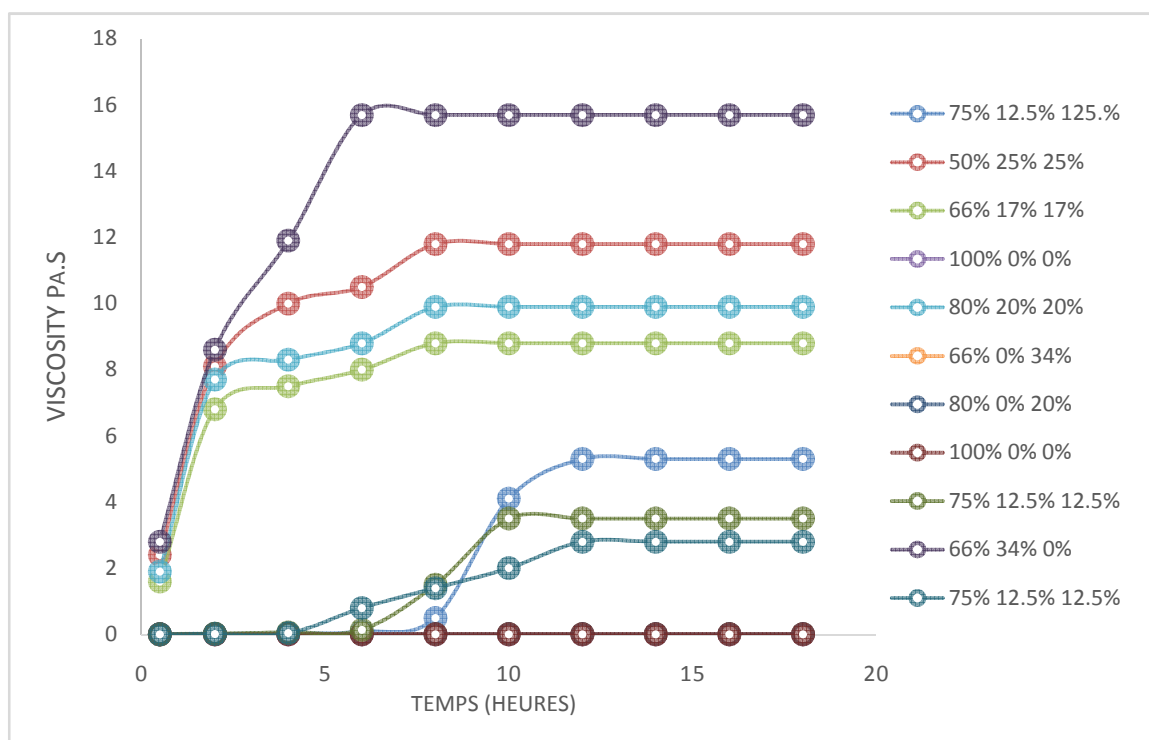


Figure 29 : la variation de la viscosité des pectines saponifiés en fonction de la concentration Car et TSMP.

D'après la **figure 29**, dans le cas de mélange qui est de 66% pectine, 34% Car et une concentration nulle en TSMP entraîne à la formation d'un gel très rigide qui correspond à une viscosité très important (15.7 Pa.S).

Les résultats obtenus à une concentration de 50% de pectine, 25% de Car et 25% de TSMP sont très similaires à ceux des résultats précédents, d'après les résultats obtenus on peut remplacer 1/3 de la concentration du Car par le TSMP par souci économique et avoir un bon gel avec les mêmes propriétés.

Alors que les pectines seules ne peuvent pas former de gel dans ces conditions on peut utiliser la pectine comme agent épaississant.

Pour résumé, les concentrations élevées en Car qui est un agent épaississant très cher peut être abaissée par l'ajout de TSMP.

Le mécanisme de formation de gel de pectine se différencie de celui de la pectine saponifiée, en effet la viscosité varie selon le degré de méthylation (la saponification augmente la viscosité du gel).

5.4. Effet de la concentration du Carraghénane sur la viscosité de la pectine.

Les résultats sont représentés dans et la **figure 30**:

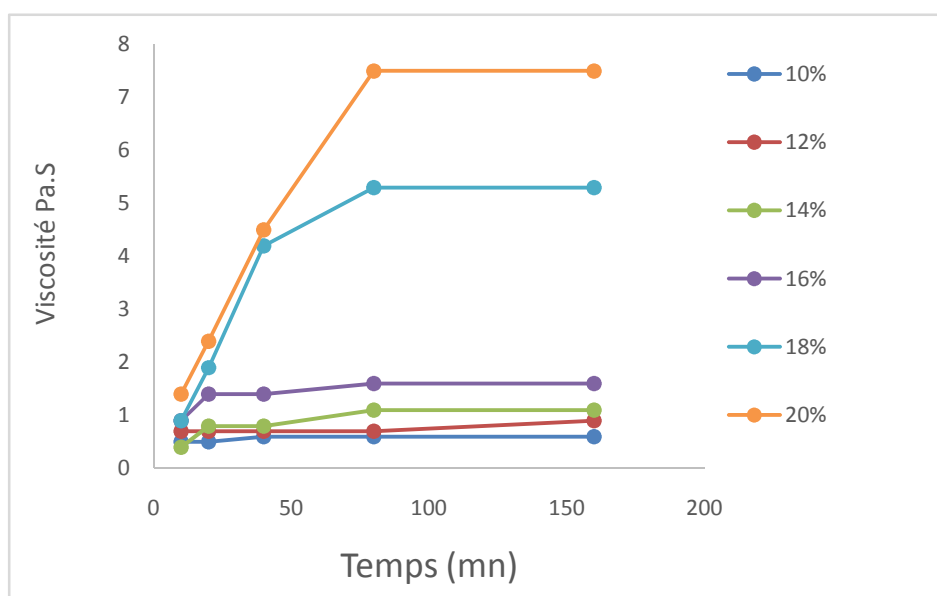


Figure 30 : la variation de la viscosité des pectines on fonction de la concentration en Car.

On remarque que La valeur optimum de la viscosité correspondu à la concentration la plus élevée de Car (20%).

Ce fait peut être expliqué que la présence de Car augmente la viscosité et induisait à une bonne gélification de gel, la Car à un rôle potentiel dans la formation de gel.

5.4.1. La viscosité de mélange Pectine/Carraghénane (PECTINE/Car)

Le mélange est préparé avec les paramètres optimisés, et l'effet du pH sur la gélification du copolymère PECTINE/CAR est illustré dans la **figure 31**.

5.4.1.1. Effet du pH

Les résultats sont représentés dans la figure suivante :

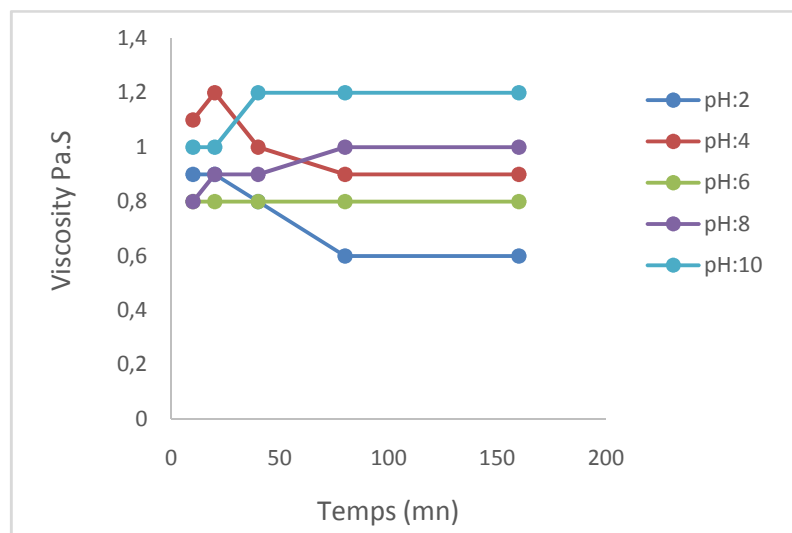


Figure 31 : la viscosité des pectines on fonction de pH.

Izydorczyk et al., 2005 ont montré que le pH est un facteur qui affecte légèrement le mécanisme de gélification des pectines HM et LM.

Sous l'influence du pH acide 2, on constate la formation d'un faible gel, alors que dans un pH alcalin 10, il ya une meilleure gélification de mélange (1.2 Pa.S).

L'Augmentation de pH affecte de façon significative la viscosité de mélange, mais au delà d'un certain temps la viscosité est restée stable.

Une pectine HM dans une solution contenant du su Car et de pH bas, peut former un gel faible, c'est ce qui est obtenu en confiture traditionnelle (**Walstra, 2003**).

5.4.1.2. Effet de température

Les résultats sont représentés dans et la **figure 32** :

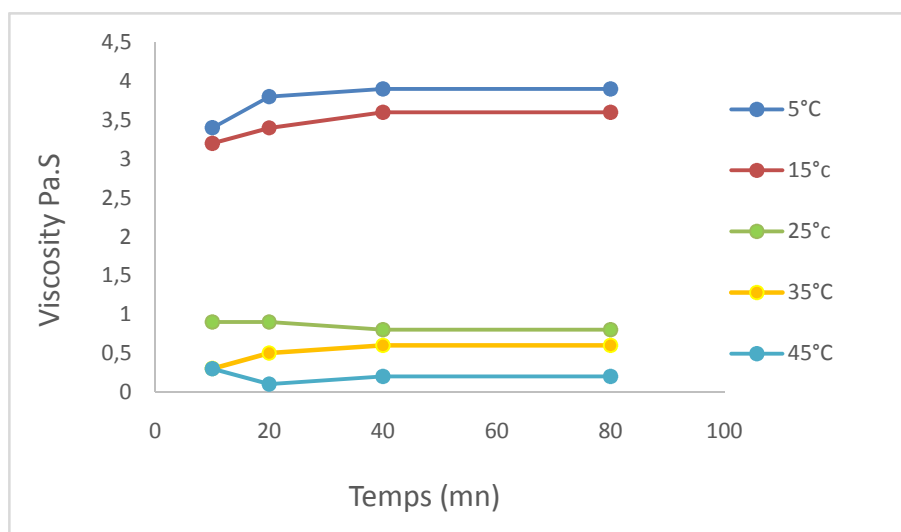


Figure 32 : Effet de la température sur la viscosité du PECTINE/Car.

Les viscosités ont été déterminées à différentes températures. Pour des températures faibles de 5°C-15°C, on observe un comportement gélifiant de mélange dont on note des viscosités très importantes (4.5 Pa.S et 3.5 Pa.S) à un temps de 20min, mais au delà d'un certain temps la viscosité est resté stable.

Alors que, pour des températures élevées, on observe un comportement liquide de mélange pectine/ carraghénane. On constate, que la gélification de mélange est thermolabile.

Les développements récents dans le domaine de la science et de la technologie des polymères a conduit à l'élaboration de divers hydrogels sensibles au pH, T°,...communément appelés les hydrogels intelligents. Ces derniers, sont très sensibles aux changements physico-chimiques de leur environnement et y répondent par des changements de structure, de conformation ou d'état physique. Les systèmes relargage est un exemple important pour l'application des hydrogels pH-dépendant ou T°-dépendant. Ils libèrent leur charge de principes actifs à la suite d'un tel changement, de pH ou de températures qui se trouvent dans le corps humain. Ces hydrogels peuvent être utilisés pour la délivrance contrôlée de médicaments aux sites spécifiques ou l'administration ciblée de molécules bioactives, de prébiotiques, de probiotiques par l'encapsulation et miCaro encapsulation.

CONCLUSION

L'extraction par micro-onde est une alternative intéressante aux méthodes d'extraction classique pour extraire des pectines à partir des plantes. Il a été choisi pour extraire ces pectines pour plusieurs raisons : la réduction de temps d'extraction, économie de réactifs, préservation de la qualité des pectines et elle permet d'obtenir un meilleur rendement d'extraction par rapport à la méthode classique.

L'utilisation de plan d'expériences pour optimiser l'extraction des pectines a révélé un rendement d'extraction de 11.2 %, en utilisant 1.2 min (temps d'irradiation) ; 2.2 (pH) ; le ratio 37 ml (volume d'eau) et la puissance des microondes à 490 w.

La viscosité des pectines est inférieure à la plus part de celle des autres gommés, il est donc rare d'utiliser les pectines pour augmenter la viscosité d'un produit. Dans notre étude nous avons produit la gélification la plus forte avec une copolymérisation de la pectine avec le minimum de carraghénane. Cette forte gélification est toujours conservée en diminuant la concentration du carrageenane, mais en ajoutant le TSMP en tant agent de réticulation à des concentrations ne dépassant pas 12,5%.

L'hydrogel copolymérique (pectine, carraghénane, TSMP) s'est avéré thermolabile, et cette propriété gélifiante thermosensible fait de notre hydrogel un candidat prometteur en tant que système de délivrance de molécules bioactives *in vivo* et en biotechnologie.

Références Bibliographiques

A

Alimi H., Hfaiedh N., Bouoni Z., Sakly M. et Ben Rhouma K.(2011).Evaluation of Antioxidant and antiulcerogenic activities of *Opuntia ficus indica*.inermis flowers extract in rats. *Environmental Toxicology and Pharmacology*. 32:406-416.

Al-Juhaimi F.et Ozcan M.M.(2012).Determination of some mineral contents of prickly pear (*Opuntia ficus- indica* L .) seed flours .*Environ Monit Assess*.185(5):3659-63.

Ammar I., Ennouri M., Khemakhem B., Yangui T.et Attia H.(2012). Variation in chemical composition and biological activities of two species of *Opuntia* flowers at four stages of flowering. *Industrial crops and products* .37:34-40.

Anonyme 1. *Opuntia ficus-indica*.www.wikimedia.org.(Page consultée le 1-04-2015).

Anonyme 2. Figuier de Barbarie.www.wikipédia.html.

Araba M., EL AICH A., Sarti B.,Belbahri LL., Boubkraoui A., it Hammou A., Zemmouri A.et Sbaa H .(2000). Valorisation du figuier de barbarie en élevage. *Bull.*

Aspinall, G.O. (1980). Chemistry of cell wall polysaccharides. In: *The Biochemistry of Plants*. Preiss, J.New York, Academic Press: 473.

Axelos, M.A.V. and Thibault, J.F. (1991). The chemistry of low-methoxylpectin gelation. In *The chemistry and technology of pectin*, ed.R.H. Walter.(New York: Academic Press).

B

Belaid .Med . M et Raaf. D, (1993).Extraction et qualité des pectines des défférentes compartiments du fruit de trois typs d'agrumes (citron, pamelo et orange).Thèse d'ingénieur en agronomie, INA , Alger, 46p .

Benhamza L.(2008). Effets biologiques du petit centaure erythraea centaurium (L).Doctorat d'état en Sciences Vétérinaires. Option Anatomie pathologie /pharmacologie. Université Mentouri de contantine.

Brahmi D., Bouaziz IC., Ayed Y., Ben Mansour H., Zourgui L. et Bacha H.(2011).Chemo preventive effect of Opuntia ficus indica on oxidative stress and genotoxicity of aflatoxin B1.Nutrition & Metabolism.8 :73.

Bruneton J.(2009).Pharmacognosie phytochimie plantes médicinales.4^{ém} Edition .Tec Doc Lavoisier ;paris .ISBN :978-2-7430-1188-8.

Buchholz FL, Graham AT. (1998).Modern superabsorbent polymer technology. New York: Wiley- VCH; [chapters 1–7].

C

Cardador Martinez , A., Jiménez-Martinez C. et Sandoval G.(2011).Revalorisation of cactus pear (Opuntia spp.) wastes as a source of antioxidants.Ciência e Tecnologia de Alimentos.31(3) :782-788.

Chang, K.C., Dhurandhar, N., You, X. and Miyamoto, A. (1994). Cultivar/location and processing methods affect the quality of sunflower pectin. *J. Food Sci.*,**59**: 602.

Cerda.J.J.(1993).Inhibition of athrosclerosis by deitry pectin in microswine withe Sustained hyperchollesterolemia.

Cerda.J.J.(1996) .Role of grapefruit pectin in health .ed :by Fillots. J.E.America's foods health message and .claaaims, 203-208 .

Chan C-H.,Yusoff R.,Ngoh G-C., Wai-Lee Kung F.(2011). Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A*.1218:6213-6225.

Chandrika L.P et Fereidoon S.(2005).Optimization of extraction of phenolic compounds from wheat using response surface methodology. *Food chemistry* 75:509-512.

Chavez-Santoscoy.R.A.,Gutierrez-Uribe J.A. et Serna-Saldivar S.O.(2009).Phenolic composition;Antioxidant Capacityand In Vitro Cancer Cell Cytotoxicity of Nine Prickly pear(*Opuntia spp*) Juices.*Plant Foods Human Nutrition*.64:146-152.

Cheftel. J.C ET Cheftel ,H .(1980).Pectine et gels pectique in introduction à la biochimie et la technologie alimentaires, 1 , 181-190 .

Christensen, S.H. (1986). Pectin's. In *Food hydrocolloids III*, ed. M. Glickman.(Florida: CRC Press).

D

De Leo M.,Bruzual De Abreu M.,Pawlowska A.M.,Cioni P.L. et Braca A.(2010). Profiling the chemical content of *Opuntia ficus-indica* flowers by HPLC-PDA-ESI-MS and GC/EIMS analyses. *Photochemistry Letters*.3:48-52.

DeVries, J.A., et al. (1986). Distribution of methoxyl groups in pectins.*Carbohydrate Polymers*, 6, 1, pp. 65-176.

De wit M.;Nel P.,Osthoff G.et Labuschagne M.T.(2010).The Effect of Variety and Location on cactus pear (*Opuntia ficus- indica*)Fr Quality .Plant Foods Human Nutrition. 65:136-145.

Doesburg, J. J ; Greevers G, (1960) Food Res, 25 634-45*.

Doesburg, J. J ; (1965) Pectic substances in fresh and preserved fruits and vegetables. Ins. For Research on storage and Processing of Horticultural Produce, I. BV.T. Commun. 25, Wageningen, The Netherlands p. 21.

Diaz Medina E.M.D.; Rodriguez Rodriguez E.M.et Diaz Romero C.(2007).Chemical characterization of *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus indica* fruits . Food Chemistry.103:38-4538-45.

E

El Aamadi S.(2008).production de vinaigre à partir du jus de fruit de cactus .Mémoire d'ingénieur d'état en industries agricoles et alimentaire .Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II Rabat.

El-Guizani T., Tlili N.et Triki S.(2012).Fruit characteristics and chemical proprieties of juice and seeds of three *Opuntia ficus indica* cultivars. African Journal of Biotechnology.11(6):1460-1464.

Eric Aubree. (2001). Mécanismes de gélification des pectines.*Systems Bio Industries (SBI),Centre de Développement Alimentaire,Baupte, Carentan.*

E .S. LOWR .(1992).Pectine and derived acids- manufacture proprietes use.Sowfs journal, 655-657 ,845-846.

F

Fernandez-Lopez J.A.,Almela L.,Obon J.M.et Castellar R.(2010).Determination of Antioxidant Constituents in Cactus Pear Fruits. *Plant Foods Human nutrition.*65:253-259.

FISHMAN, M. L ; PEPPER, L ; DAMERT, W. C ; BAFORD, R. A (1986) .Chemistry and function of pectins, (Fishman M. L and JEN JJ eds.), ACS symposium series 310, Washington.

Friedrich J. E. (2001). Titratable Activity of Acid Tastants, In *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*. Ed John Wiley & Sons, Inc. pp 1-6.

G

Grigonis, D. P.R. Venskutonis, B.Sivik, M.Sandahl and C.S.Eskilsson,(2005).Comparison of different extraction technologiques for isolation of antioxidants from sweet grass (hierochloe).*Journal of Spercritical Fluids* ,33,223.

Guevara-Figueroa T.,Jiménez-Islas H.;Reyes-EscogidoM.L.,Mortensen A.G., Laursen B.B ; Lin L.W. ;Leon- Rodriguez A., Fomsgaard I.S. et De la Rosa A.P.B .(2010).Proximate composition; phenolic acid; and flavonoids characterization of commercial and wild nopal (*Opuntia* spp.).*Journal of Food Composition and Analysis.*23:525-532.

H

Habbi Y.(2004). Contribution à l'étude Morphologique,ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie : les polysaccharides pariétaux caractérisation et modification chimique. Thèse Doctorat : Marrakech : Universtè Josep Fourier,1,pp4-5.

Hacker MC, Mikos AG. (2011). Synthetic polymers, principles of regenerative medicine. 2nd ed.;. p. 587–622.

Hoagland.P.D et Paris.N.(1996).Chitosan/pectin laminated fimls.J Agricul, food chem, 44 , 1919 .

Holfer .A.C.(1999).Pectin chemestry , et application .Hercules incorporated food gums groupe , 1-26.

I

Izydorczyk M., Cui S.W. & Wang Q., (2005). Polysaccharide Gums : Structures, Functional Properties, and Applications. In : Food carbohydrates chemistry, physical Properties and applications. Published by CRC Press Taylor & Francis Group LLC (Eds).NY, **Chapter 6** : pp 263-307.

J

Jarvis, M.C. (1984). Structure and properties of pectin gels in plant cel wall. Plant Cell Environ.,7: 153.

Jenkins et al.(1977).Effect of dierty fiber on ccomplication of gastrc surgey :Prevention of postprondial hupoglycemia gy pectin.Gastroenterology, 73 (2), 1977 , 215-217 .

J .F. THIBAUT et R. Petit : (1979). « Les substances pectiques : Généralités et domain d'application dans les industries alimentaires » IAA , pp 1231-1236 .

J .F. THIBAUT : (1980). « Les polymères végétaux » pp : 232-236, 240 ,241 et 244-247.

JOSEPH, GH ; BAIER, W.E. (1949) Methods of determining the firmness and setting time of pectin test jellies. Food Technol. 3,85-90.

Κ

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

Kenny L.(1997).Le Figuier de barbarie.Importance économique et conduit technique.*Bulletin Lia*,35,pp 2-4.

Kertesz, Z.I. (1951). The pectic substances. (New York: Interscience).

KOHN, R ; FURDA, 1 (1969) Binding of calcium ions to acetyl derivatives of pectin. Coll. Czech. Chem. Commun. 33, 2217-2225.

Kravtchenko, TP, AGJ Voragen et W. Pilnik, "comparaison analytique des préparatifs Trois pectine industrielle", *Carbohydrate Polymers* 18, 17-25 (1992).

ℒ

Lamghari El Kossori R., Villaume C., El Boustani E., Sauvairey Y., Méjean L. (1998). Composition of pulpe, skin and seeds of prickly pears fruit (*Opuntia ficus indica* sp.). *Plant foods for Human Nutrition* .52:263-270.

Leroux H. et Schubert E., (1983) :Les applications des pectines HM dans les industries agro-alimentaires *Ind.Alim.Agric.*,9,615-618.

Lin T.K.(2012). *Edible Medicinal and Non-Medicinal Plant* Springer Dordrecht Heidelberg London New York.1.ISBN 978-90-481-8660-0.

Li Yuhui, Huang Guoyou, Zhang Xiaohui, Li Baoqiang, Chen Yongmei, Lu Tingli, Lu Tian Jian, Xu Feng.(2013). Magnetic hydrogels and their potential biomedical applications. *Adv Funct Mater*;23 (6):660–72.

Lo C.M., Grün I.U., Taylor T.A., Kramer H. & Fernando L.N., (2002). Blanching Effects on the Chemical Composition and the Cellular Distribution of Pectins in Carrots. *Journal of food Science (JFS) : Food Chemistry and Toxicology*, **67 (9)** : 3321-3328.

Lopes da Silva J.A. & Rao M.A., (2006). Pectins: Structure, Functionality, and Uses. In *Food Polysaccharides and Their Applications*, Second Edition. Edition: Stephen, CRC Press Taylor & Francis Group. **Chapter 11:** pp 353-412.

M

Maataoui B.S., Hmyene A. et Hilali S. (2006). Activités anti-radicalaires d'extraits de jus de fruits du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*). *Lebanese Science Journal*, 33 :91-97.

Mafart P. (1978) . Incidence des procédés de concentration et de séchage sur la rétention des arômes dans les liquides alimentaires. *Biosciences*.9 (1).P :27-34.

Mafart P. (1981). économie d'énergie dans les industries ago-alimentaires : cout énergétique des opérations d'élimination d'eau . Ed. Tec et Doc :Lavoisier.P : 1-164.

Manfred et Micolie . Moll : Juin (1998). « les additifs alimentaires et auxiliaires technologiques » pp 117-118.

Maolin Z, Jun L, Min Y, Hongfei H. (2000). The swelling behaviour of radiation prepared semi interpenetrating polymer networks composed of polyNIPAAm and hydrophilic polymers. *Radiat Phys Chem*;58:397–400.

Matthau's B. et Ozcan M.M. (2011). Habitat effects on yield, fatty acid composition and tocopherol content and antioxidant activity of cactus *Opuntia macrorhiza* fruits .*Food Research International*.44:2169-2174.

MAY, C. D (1990). Industrial Pectins : Sources, Productions and applications. *Carbohydrate Polymers*. 12, 79-99.

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

Mukhiddinov, Z.K., et al. (2000). Isolation and structural characterization of a pectin homo and ramnogalacturonan. *Talanta*, 53, pp. 171-176.

N

N'BeMiller J., (2001). Plant Gums. *Encyclopedia of Life Sciences*, John Wiley & Sons

Ltd. pp 1-5.

Naggar . V.f .,khawas.M ,Ismail .F .A et Boraie.N.A.(1992).Pectin,possible matrix for oral sustained release preparation of water,soluble drugs.

Nasser A.G.(2008).Chemical Composition and Functional Properties of Prickly Pear (Opuntia ficus indica) Seeds Flour and Protein Concentrate. *World Journal of Dairy & Food Sciences*.3 (1):11-16.

NICOLL et MANFEID .M. (1990).Additifs et auxillaires technologiques . ed Masson , 75-76.

Novosel'skaya, I.L., et al. (2000). Trends in the science and applications of Pectin's. *Chemistry of Natural Compounds*, 36, pp. 1-10.

O

OWENS, H. S : McCREADY, RM ; Mac LAY W. D (1949). Gelation characteristics of acid-precipitated pectinates. *Food Technol.* 3, 77- 82.

Owen P.L.,Johns T.(1999).Xanthine oxidase inhibitory activity of northeastern North American plant remedies used for gout. *Journal of Ethnopharmacology*, 64:149-160.

P

Pilnik, W ; Voragen, A.G.J (1979). The biochemistry of fruits and their products. (Hulme, A.C eds), London : Academic press, 1 p 53.

R

Rees, D.A. and Wright, A.W. (1971). Polysaccharide conformation. Part VII. Model building computations for α -1,4 galacturonan and the kinking function of L-rhamnose residues in pectic substances. *Journal of Chemical Society, Section B*, 2, pp. 1366-1372.

ROLIN C ; DE VRIES JA, *Pectin*, (1990). Food gels, Harris P ed, Elsevier, London, New York, p 401-434.

ROMBOUTS, F. M ; PILNIK, W (1980) Pectic enzymes (A. H Rose Eds) *Economic Microbiology, Microbial enzymes and Bioconversions*, Academic Press, London, 5 pp 227-282.

S

Scheinvar L.(1995). Taxonomy of utilized Opuntias. In : Barbera G., P. Inglese and E. Pimienta-Barrios (eds.) *Agro-ecology, cultivation and uses of cactus pear*. FAO. Rome (Italy), pp 20-27.

Shibayama et Tanaka 1993). Collapse of gels and the critical end point. *Phys Rev Lett* 40:820-823.

Stintzing F.C., Schieber A. et Carle R.(2001). Photochemical and nutritional significance of cactus pear. *Eur Foods Research Technology*. 212:396.

T

Takashi L, Hatsumi T, Makoto M, Takashi I, Takehiko G, Shuji S.(2007). Synthesis of porous poly(N-isopropylacrylamide) gel beads by sedimentation polymerization and their morphology. *J Appl Polym Sci*;104(2):842.

Tanaka T (1981).Gels. *Sci Am* 244:110–123.

Tanaka Y, Gong JP, Osada Y (2005) Novel hydrogels with excellent mechanical performance. *Prog Polym Sci* 30:1–9.

Thibault, J.-F., Renard, C.M.G.C., Axelos, M.A.V., Roger, P. and Crepeau, M.J. (1993). *Carbohydr. RES.*,238: 271-286.

Tinsson W. (2010).Plants d'expérience:construction et analyses statistique. Edition Spring, New York, 532.

V

Van Rijssel M., Smidt M.P., Van Kouwen G. & Hansen T.A., (1993). Involvement of anintracellular oligogalacturonate hydrolase in metabolism of pectin by *Clostridium thermosaccharolyticum*. *American Society for Microbiology. Applied and EnvironementalMicrobiology*, **59** : 837-842.

Voragen, A.G.J., Pilnik, W., Thibault, J.-F., Axelos, M.A.V. and Renard, C.M.G.C. (1995). Pectins. In:Food Polysaccharides and their Applications. Stephen, A.M. New York, Marcel Dekker: 287-339.

W

Walstra P., (2003). Physical Chemistry of Foods. Marcel Dekker, Inc. (Edt). NY. 788p.

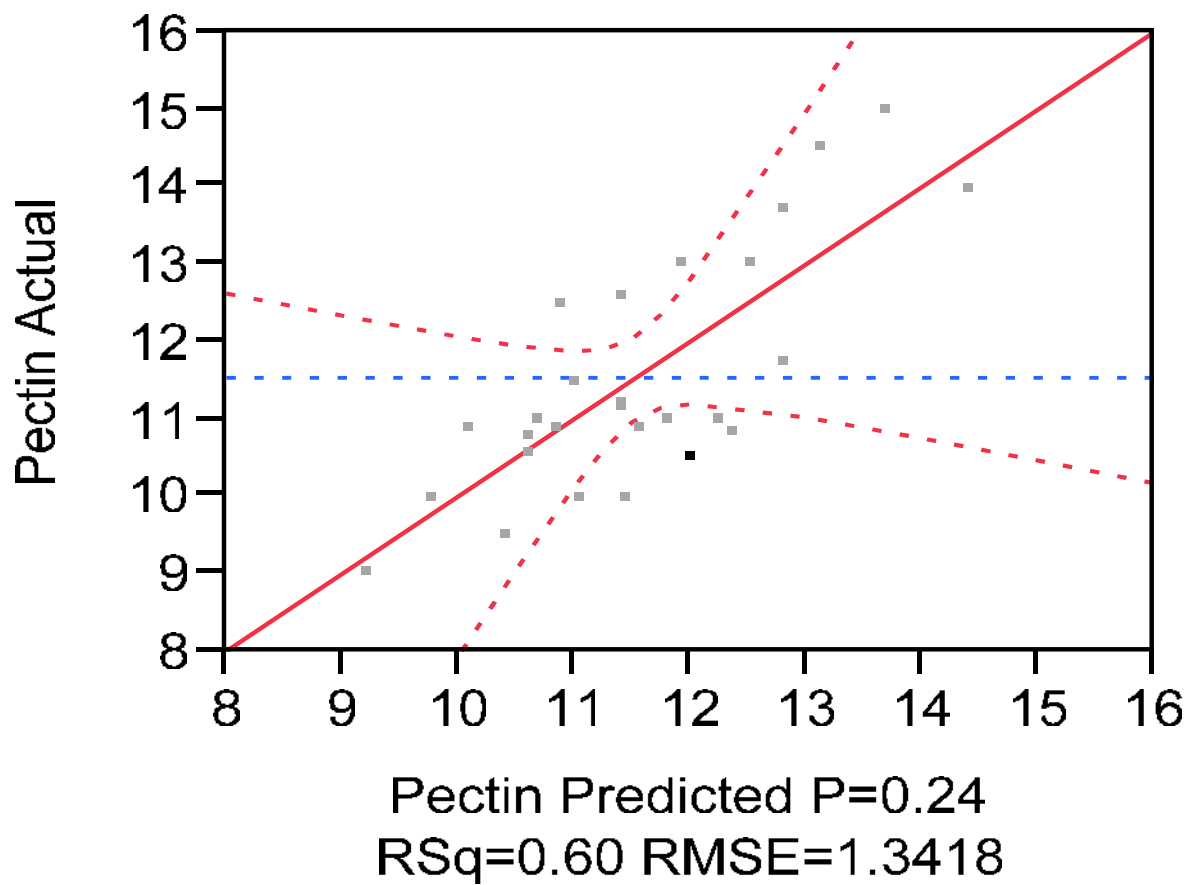
Wang, Q. & Damodaran, S. (1990). "Thermal gelation of globular proteins: weight – average molecular weight dependance of gel strength." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 38: 1157-1164.

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

Wen Zhao, Xing Jin, Yang Cong, Yuying Liu, Jun Fu. (2013). Degradable natural polymer hydrogels for articular cartilage tissue engineering. *J Chem Technol Biotechnol*;88(3):327–39.

Annexes

Annexe I : le plan expérimental

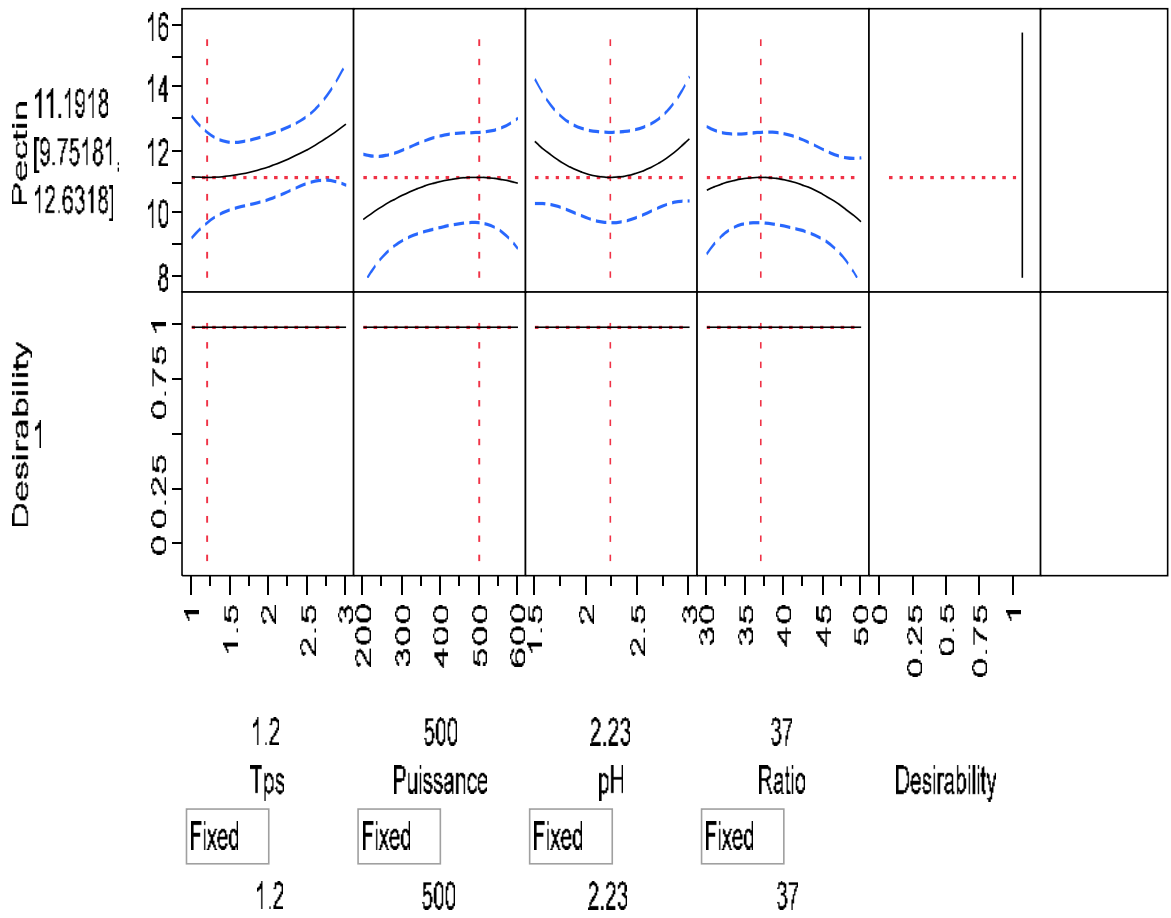


Plan de prédiction réelle de la poudre étudiée.

Les coefficients de régression estimés du model polynomial du seconde degré.

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	t Ratio	Prob> t
Tps(1,3)	0.9138889	0.316269	2.89		0.0119*
Puissance(200,600)	0.6861111	0.316269	2.17		0.0478*
Tps*Ratio	0.484375	0.335453	1.44		0.1708
pH*pH	1.1930421	0.834444	1.43		0.1747
Tps*pH	-0.384375	0.335453	-1.15		0.2711
Ratio*Ratio	-0.831958	0.834444	-1.00		0.3357
Puissance*Puissance	-0.631958	0.834444	-0.76		0.4614
pH(1.5,3)	-0.216667	0.316269	-0.69		0.5045
Tps*Tps	0.5180421	0.834444	0.62		0.5447
Ratio(30,50)	-0.136111	0.316269	-0.43		0.6735
Tps*Puissance	0.121875	0.335453	0.36		0.7218
Puissance*pH	-0.078125	0.335453	-0.23		0.8192
Puissance*Ratio	0.053125	0.335453	0.16		0.8764
pH*Ratio	0.034375	0.335453	0.10		0.9198

Sorted Parameter Estimates



Prediction Profiler

Annexe II : Matériel et réactifs utilisés

Matériel	réactifs
-Agitateur	-Acétone
-Bain Marie	-TSMP
-Balance de précision : Bp 310P	-Cr
-Barreaux magnétique	-Cacl ₂
-Balance analytique	-Eau distillée
-Baguette en verre	-NaoH
-Bécher	-Hcl
-Broyeur électrique	
-Boite de pétrie	
-Centrifugeuse (NUVE)	
-Etuve	
-fiolle	
-Micropipette	
-Micro-onde	
-Plaque chauffante	
-Papier aluminium	
-Papier filtre wattman	
-pH mettre : WTWPH 422	
-Pipette	
-Rotavapor ,Spatule	

Résumé

L'objectif de notre présente étude comporte deux parties essentielles. Pour la première, une optimisation d'extraction par micro-onde à été utilisée pour l'extraction des pectines à partir des raquettes d'*Opuntia ficus indica*. L'effet des variables indépendantes puissances des micro-ondes (200,400,600W), temps d'irradiation (1,2,3mn), pH(1.2.3), le volume du solvant(30,40,50ml) sur le rendement en pectine a été évaluée en utilisant la méthodologie de surface de réponse (MSR).

Les conditions optimales d'extraction des pectines sont 490.81W ; 1.19 mn ; pH= 2.23 et 36.98ml. Sous ces conditions la réponse prédite optimale correspond à une valeur de 11.19%. La deuxième partie vise à tester et à évaluer l'effet des variables (pH, T°, Cr) sur la gélification des pectines native et déméthylée.

Mots clés : *Opuntia ficus indica*, pectines, micro-onde, méthodologie de surface de réponse, optimisation, viscosité, gélification.

Abstract

The aim of our present study has two essential parts. The first, the optimization of pectins extraction, assisted by microwave, from the dried whole cladodes of *Opuntia ficus indica*. For this, the effect of independent variables, the microwave power (200, 400, 600W), the irradiation time (1, 2, 3 minutes), pH (1, 2, 3) and the volume of solvent (30, 40, 50ml) on the pectin yield was assessed using the response surface methodology (RSM).

The optimum conditions for extraction of pectins are 490.81W; 1.19 min; pH = 2.23 and solvent ratio is 36.98ml. Under these conditions, the optimal predicted response corresponds to a value of 11.19%. The second part aims to test and evaluate the effect of variables (pH, time, Carrageenan) on the gelling behaviour of both native and demethylated pectin.

Keywords: *Opuntia ficus indica*, pectins, microwave, response surface methodology, optimization, viscosity, gelling.