

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie

Département de Génie des procédés

**Mémoire**  
**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE**  
**MASTER**

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie alimentaire

Présenté par :

***Mlle CHERFA Celia Amina***

**Thème**

***Etude de l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron***

Soutenu le 02/07/2023

Devant le jury composé de :

Nom et prénom	Grade	Université	Qualité
Mr KACHBI Abdelmalek	MCA	Université de Bejaia	Président
Mme BEY Zakia	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
Mme SENHADJI Ounissa	Professeur	Université de Bejaia	Encadrant
Mme SAHI Sabrina	Doctorante	Université de Bejaia	Co-encadrant

Année universitaire : 2022/2023

# Remerciements

Avant tout je remercie le bon DIEU le tout puissant, de m'avoir donné le courage, la santé et la patience pour accomplir ce travail.

Toute ma gratitude et mes remerciements les plus sincères, vont à ma promotrice ; Professeur à l'université de Bejaïa Madame **SENHADJI Ounissa** et à ma Co-promotrice Mlle **SAHI Sabrina**, pour l'honneur, la patience et leur disponibilité constante pour répondre à mes questions, discuter de mes idées et me guider dans les moments de doute ce qui a été essentiel pour moi et surtout pour réaliser ce travail de recherche.

Par ailleurs, Je tiens à remercier les membres du jury : Monsieur **A. KACHBI** et Madame **Z. BEY** d'avoir accepté d'évaluer ce travail, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce dernier en acceptant de l'examiner et de l'enrichir par leurs propositions. Leurs regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de mon savoir-faire.

Un grand merci à l'ensemble du personnel technique du bloc11 et plus particulièrement Madame **ADRAR Kahina** ; technicienne de laboratoire de Génie des Procédés de l'Environnement et à Madame **MOKHTARI Fouzia** ; Ingénieur du laboratoire des Procédés Membranaires et des Techniques de Séparation et de Récupération, pour leur aide efficace et leur soutien émotionnel qu'elles m'ont apporté tout au long de ce stage pratique.

Enfin je remercie tous les enseignants et personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

# *Dédicace*

À Mes très chers parents,

Sans qui je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

Je vous dédie cette première réussite en guise de reconnaissance de vos sacrifices et en témoignage de la profondeur des sentiments que j'éprouve à votre égard.

À mes sœurs : Kamelia, Kahina et Hana.

À mes frères : Badri, Amir, Walid, Mami et sa famille.

Ma tante Malika et mon cousin Zakaria et à toute ma famille paternelle et maternelle.

Qui ont toujours été à mes côtés dans le meilleur et le pire pour me conseiller, me guider et me soutenir.

À mes copines d'enfance : Selma et Liliane qui ont été présentes dans ma vie depuis mes 7 ans, avec lesquelles j'ai partagé des souvenirs inoubliables.

À mes meilleures amies : Mira et Amel avec qui j'ai passé ces quatre dernières merveilleuses années universitaires.

Et à tous ce que j'aime : Gulissa, Omar et Amirouche, Lynda, Tarik et leur famille, thinhinane, Cylia, Dyhia et Kamy

À nos moments passés ensemble que ça soit en fou rire ou en stress.

J'ai de la chance d'avoir de si bonnes personnes, bienveillantes, aimables, à l'écoute, et qui m'ont toujours encouragé.

À toute la promotion de Génie Alimentaire 2022/2023.

Ce travail n'aurait pas pu être finalisé sans la présence de ces personnes dans ma vie, je vous apprécie tellement.

*Celia*

# *Liste des abréviations*

**CB** : citron Boufarik

**DM** : Degré de méthylation

**DP** : degré de polymérisation

**E17** : Echantillon N°17

**E330** : Acide citrique

**E4** : Echantillon N° 4

**Gal A** : acide galacturonique

**HGA** : Les Homogalacturonanes

**HM** : hautement méthylés

**IR** : infra-rouge

**IRTF** : La spectroscopie infrarouge de Fourier

**KBr** : bromure de potassium

**LM** : Faiblement méthylés

**pH** : potentiel hydrogène.

**RG-I** : Les Rhamnogalacturonanes

**RGII** : Les Rhamnogalacturonanes II

**SIN 440** : pectine commerciale

# Liste des figures

## Chapitre I : Généralités sur le citron et les écorces de citron

<b>Figure I.1</b> : Caractéristiques morphologiques d'un citrus .....	6
<b>Figure I.2</b> : Diversité variétale de citrons .....	10
<b>Figure I.3</b> : principales régions productrices d'agrumes dans le monde (zones orange).....	12
<b>Figure I.4</b> : répartition de production d'agrumes en Algérie .....	13
<b>Figure I.5</b> : Ensemble de produits alimentaires à base de citron .....	15

## Chapitre II : Généralités sur la pectine

<b>Figure II.1</b> : la pectine .....	19
<b>Figure II.2</b> : Structure de l'homogalacturonane (HG) d'après .....	20
<b>Figure II.3</b> : Représentation d'une portion d'homogalacturonane de type (I).....	21
<b>Figure II.4</b> : Structure d'un complexe de rhamnogalacturonane de type (II) .....	22
<b>Figure II.5</b> : Stabilité de la pectine .....	24
<b>Figure II.6</b> : Réaction de dépolymérisation par hydrolyse .....	25
<b>Figure II.7</b> : réaction de $\beta$ -élimination qui provoque la rupture des liaisons glycosidiques .....	25
<b>Figure II.8</b> : poudre de pectine industrielle .....	30

## Chapitre III : Matériels et méthodes

<b>Figure III.1</b> : Etapes d'obtention de la poudre d'écorces de citron (A : citron / B : écorces séchées/ C : poudre).....	35
<b>Figure III.2</b> : le mélange d'extraction .....	39
<b>Figure III.3</b> : le volume du filtrat obtenu après centrifugation .....	40

<b>Figure III.4</b> : Obtention de la Pectine sous forme de gel (A : pectine coagulée / B : filtrage de la pectine/ C : gel de pectine).....	41
<b>Figure III.5</b> : Protocole d'extraction de la pectine .....	42
<b>Figure III.6</b> : Spectrophotomètre Infrarouge <i>SHIMADZU FTIR -8400 S</i> .....	45
<b>Figure III.7</b> : Microscope infra-rouge THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10....	46

## *Chapitre IV : Résultats et discussions*

<b>Figure IV.1</b> : Effet de la vitesse d'agitation sur le rendement de la pectine .....	53
<b>Figure IV.2</b> : Effet du temps d'extraction sur le rendement de la pectine.....	54
<b>Figure IV.3</b> : Effet de la température sur le rendement de la pectine.....	55
<b>Figure IV.4</b> : Effet du ph sur le rendement de la pectine .....	56
<b>Figure IV.5</b> : Spectre IR de la poudre d'écorce de citron de Boufarik CB .....	57
<b>Figure IV.6</b> : Les spectres IR de deux échantillons (E4 et E17) de pectine sèche .....	59
<b>Figure IV.7</b> : Pectine sous microscope IR à ph 3.5 .....	61
<b>Figure IV.8</b> : pectine avant séchage (sous forme de gel) .....	62
<b>Figure IV.9</b> : pectine après séchage.....	62

# Liste des tableaux

## *Chapitre I : Généralités sur le citron et les écorces de citron*

<b>Tableau I.1 :</b> Classification botanique et taxonomie du citron.....	7
<b>Tableau I.2 :</b> Composition de polyphénols pour 100g de citron net.....	7
<b>Tableau I.3 :</b> Composition en vitamines pour 100gr de citron net .....	7
<b>Tableau I.4 :</b> Composition de minéraux et d'Oligo-éléments pour 100gr de citron net .....	8
<b>Tableau I.5 :</b> Composition en macronutriments pour 100g net de citron .....	8
<b>Tableau I.6 :</b> Statistiques de production de citron par continents en 2019.....	13

## *Chapitre II : Généralités sur la pectine*

<b>Tableau II.1 :</b> Principales sources de pectines d'intérêt industriel.....	23
<b>Tableau II.2 :</b> Utilisation des pectines dans les confitures, gelées et confiseries .....	29

## *Chapitre III : Matériels et méthodes*

<b>Tableau III.1:</b> Réactifs utilisés .....	38
<b>Tableau III.2 :</b> variation des paramètres.....	43

## *Chapitre IV : Résultats et discussions*

<b>Tableau IV.1:</b> rendement de l'extraction de pectine.....	50
<b>Tableau IV.2 :</b> les rendements de pectine allant de 4.36 à 5.66 % .....	52
<b>Tableau IV.3 :</b> Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant les constituants de l'écorce de citron CB .....	55
<b>Tableau IV.4 :</b> Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant la pectine des deux essais .....	55

# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

## *Chapitre I : Généralités sur le citron et les écorces de citron*

Introduction.....	2
I.1. Historique .....	5
I.2. Description du citron .....	5
I.2.1. Flavédo ou l'exocarpe .....	5
I.2.2. Albédo aussi appelé mésocarpe ou ziste .....	6
I.2.3. Chair du citron .....	6
I.3. Classification botanique et taxonomie .....	6
I.4. Composition nutritionnelle du fruit.....	7
I.5. Différentes variétés du fruit .....	9
I.6. Les composés d'intérêts nutritionnels se trouvant dans l'écorce de citron.....	10
I.6.1. Flavonoïdes .....	10
I.6.2. Caroténoïdes .....	10
I.6.3. Limonoïdes .....	11
I.6.4. Acides organiques .....	11
I.7. Production et répartition géographique du citronnier.....	11
I.7.1. Dans le monde.....	12
I.7.2. En Algérie .....	13
I.8. Différentes utilisations dans l'industrie alimentaire.....	14
I.8.1 Citron .....	14
I.8.2 Ecorce de citron.....	14

## *Chapitre II : Généralités sur la pectine*

II.1. Définition de la pectine .....	19
II.2. Structure moléculaire de la pectine.....	20
II.2.1. Homogalacturonanes (HGA).....	20
II.2.2. Rhamnogalacturonanes I (RGI).....	21
II.2.3. Rhamnogalacturonanes II (RGII) .....	21
II.3. Les différentes sources de pectine .....	22
II.4. Propriétés physiques chimiques des pectines .....	23
II.4.1. Solubilité et précipitation .....	23
II.4.2. Stabilité.....	24
II.4.3. Dégradation chimique .....	24
II.4.4. Emulsification.....	26
II.4.5. Viscosité .....	26
II.4.6. Propriétés gélifiantes.....	27
II.4.7. Propriétés épaississantes.....	27
II.5. Extraction de la pectine .....	27
II.5.1 Par hydrolyse en milieu acide.....	27
II.5.2 Autres méthodes d'extraction de la pectine.....	28
II.6. Utilisations des pectines dans les industries .....	28
II.6.1. L'industrie Alimentaire .....	28
II.6.2. Autres industries .....	29

### ***Chapitre III : Matériels et méthodes***

III.1. Présentation du matériel.....	35
III.1.1. Matériel végétal .....	35
III.1.2. Matériel .....	36
III.1.3. Appareillage et logiciels utilisés.....	36
III.1.4. Produits chimiques.....	38
III.2. Protocole expérimental .....	39
III.2.1. Préparation des solutions.....	39
III.2.2. Extraction de la pectine .....	39
III.2.3. Purification de la pectine.....	40
III.2.4. Séchage de la pectine .....	41

III.3. Techniques d'analyses .....	43
III.3.1. Etude de la variation des paramètres fondamentaux sur l'extraction de la pectine....	43
III.3.2. Rendement de la pectine en % .....	44
III.3.3. Spectroscopie infra-rouge de Fourier de la poudre d'écorce de citron et de la pectine (en film) .....	44
III.3.4. Analyse microscopique de la pectine .....	45

## *Chapitre IV : Résultats et discussions*

IV.1. Etude de la variation des paramètres fondamentaux sur l'extraction de la pectine ....	49
IV.1.1 Calcul du rendement de pectine en %.....	51
IV.1.2. Effet des paramètres fondamentaux sur le rendement de la pectine .....	53
IV.1.2.1 Effet de la vitesse d'agitation.....	53
IV.1.2.2 Effet du temps d'extraction.....	54
IV.1.2.3 Effet de la température.....	55
IV.1.2.4 Effet du ph.....	55
IV.3. Spectroscopie Infrarouge de Fourier .....	55
IV.3.1. Caractérisation par infrarouge IRTF de la poudre d'écorce de citron CB .....	56
IV.3.2. Caractérisation par infrarouge IRTF de la pectine .....	56
IV.4. Analyse microscopique de la pectine .....	57
IV.4.1 Couleur.....	57
IV.4.2 Texture de la pectine.....	57

Conclusion

Perspectives

Annexes

# *Introduction*

# *Introduction*

Depuis l'antiquité, la culture des agrumes joue un rôle très important dans le développement économique et social des pays producteurs à travers le monde. La production d'agrumes se trouve principalement concentrée dans les pays du bassin méditerranéen où ce secteur représente un segment porteur de grande valeur ajoutée. En Algérie, les agrumes occupent une place importante dans la nouvelle politique agricole avec une production annuelle de 1 593.5 tonnes en 2019. **(FAO, 2021)**

Les agrumes, sont destinés soit à être consommés directement (frais) ou à subir des transformations (produits industriels...). A cet effet, l'industrie de fabrication de jus rejette annuellement des tonnages énormes de sous-produits (écorces, pépins...) dans la nature sans aucun traitement. Ces rejets ne cessent de polluer l'environnement à longueur d'année alors qu'ils peuvent constituer une source intéressante de matières premières pour l'extraction de biomolécules nobles telles que les huiles essentielles, les composés phénoliques, les flavonoïdes et polysaccharides comme la cellulose ou plus particulièrement les pectines **(Kim et al, 2004)**.

Les pectines sont des substances bio polymères dont le motif de base est l'acide galacturonique, elles se trouvent naturellement dans de nombreux fruits, tels que les pommes, les abricots et les agrumes comme l'orange et le citron et même dans leurs écorces. Ces substances sont utilisées dans l'élaboration des confitures, des gelées, des jus de fruits, des desserts et même des produits laitiers. Comme elles pourraient avoir des implications importantes dans l'industrie alimentaire, en offrant une alternative naturelle et saine aux agents épaississants synthétiques couramment utilisés, ainsi qu'en valorisant les sous-produits tels que les écorces d'agrumes **(Sebaoui, 2018)**.

L'objectif de notre étude est de déterminer les conditions optimales pour une meilleure extraction des pectines à partir des écorces de citron à savoir le ph, la vitesse d'agitation, le temps et la température.

Ce mémoire se subdivise en quatre chapitres :

- ❖ **Le premier chapitre** : comprend un rappel sur les grandes caractéristiques du citron et son écorce : la description botanique, les différents composants du fruit, les différentes variétés et l'importance nutritionnelle et économique et leurs différentes utilisations dans les industries et plus particulièrement l'industrie alimentaire...

- ❖ **Le deuxième chapitre** : englobe des généralités de la pectine ; définition, structure moléculaire, différentes sources de pectine, ses propriétés physiques chimiques, ses différentes utilisations dans les industries ...
- ❖ **Le troisième chapitre** : porte sur une description de la procédure expérimentale et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées dans ce travail.
- ❖ **Le quatrième et dernier chapitre** : consacré aux résultats et discussions, qui englobe l'ensemble des résultats de l'étude analytique de la variation des paramètres fondamentaux qui influencent l'extraction et le rendement de la pectine.

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

## *Chapitre I : Généralités sur le citron et les écorces de citron*

### **I.1. Historique**

Les agrumes, originaires du sud-est asiatique, où leur diversité s'est construite sur plusieurs millions d'années, ont conquis le cœur des hommes et ont alors été introduits depuis l'Antiquité sur de nouvelles terres. Aujourd'hui, ils sont cultivés sur plus de 10 millions d'hectares répartis tout autour du globe entre les 40<sup>e</sup> parallèles des deux hémisphères, voire au-delà, au nord de la Méditerranée, démontrant ainsi leur capacité d'adaptation à des conditions environnementales très différentes (**Luro, 2022**).

Ces fruits, sont très populaires dans le monde entier en raison de leur goût acidulé et rafraîchissant ainsi que de leurs propriétés nutritionnelles bénéfiques. Parmi ce groupe de fruits on trouve le *Citrus limon* que nous connaissons sous le nom de Citron. Il serait en réalité un hybride ayant le cédratier ; *Citrus medica* comme géniteur mâle et le bigaradier ; *Citrus aurantium* comme géniteur femelle (**Vannière, 2008**).

Ce sont les Arabes qui ont favorisé l'expansion du citron à plus large échelle. Ils l'appellent alors limûm, qui deviendra limon en espagnol, lemon en anglais, et donnera naissance au mot « limonade ». Et c'est grâce à Christophe Colomb qu'il s'implante ensuite en Amérique. Aujourd'hui, le citronnier est cultivé dans toutes les zones tempérées du globe (**Lefief-Delcourt, 2018**).

### **I.2. Description du citron**

Le citron est le fruit du citronnier, de la famille des rutacées un arbre épineux qui peut mesurer jusqu'à 5 m de hauteur. Il serait originaire d'Asie, et plus précisément du Cachemire, une région montagneuse du sous-continent Indien (**Lefief-Delcourt, 2018**).

Le fruit est de forme oblongue ou ovoïde, jaune vif avec une écorce épaisse, son nom scientifique est : *citrus lemon*.

Du cœur vers l'extérieur, toutes les parties du citron ont leurs particularités, et des bienfaits spécifiques, on distingue trois parties :

#### ▪ **I.2.1. Flavédo ou l'exocarpe**

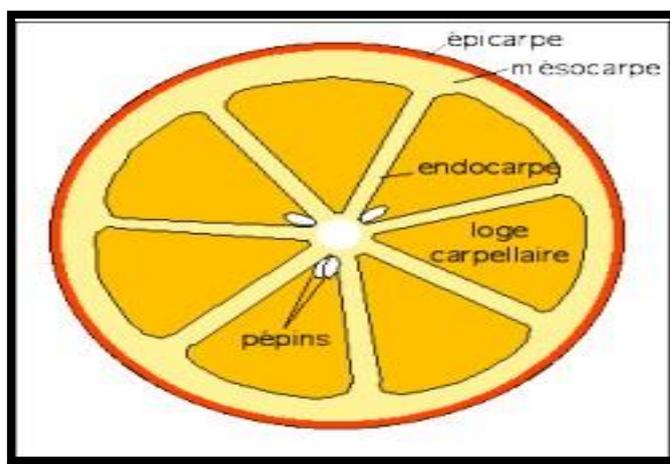
Le flavédo est la pelure jaune du fruit, il est composé de multiples alvéoles contenant de l'huile essentielle, on l'utilise en cuisine sous forme de zestes.

▪ **I.2.2. Albédo aussi appelé mésocarpe ou ziste**

L'albédo est la sous-couche blanche et épaisse qui sépare la chair du zeste. En raison de son goût amer, on a tendance à le jeter notamment quand on zeste le citron, et pourtant c'est une excellente source de pectine, de limonène et de flavonoïdes.

▪ **I.2.3. Chair de citron**

La chair du citron est contenue dans les quartiers qui renferment eux-mêmes de vésicules riches en jus et en pépins. Chaque quartier ou segment est enveloppé par l'endocarpe. On consomme le plus souvent cette chair sous forme de jus car elle est acide au goût (Lefief-Delcourt, 2018).



**Figure I.1 :** Caractéristiques morphologiques d'un citrus (Huet, 1991)

**I.3. Classification botanique et taxonomie**

Dès le début du XIXe siècle, les botanistes ont cherché à classer les agrumes et ont effectué un travail considérable de recherche taxonomique mais en plus d'étude de documents anciens, de fossiles ou de représentations artistiques afin de dater la découverte, la consommation et l'utilisation des agrumes par l'homme (Etorre, 2022).

Le tableau I.1 de la classification botanique et taxonomie du citron réalisée par Arthur Cronquist 1981 ; expert en taxonomie des plantes :

**Tableau I.1** : Classification botanique et taxonomie du citron (**Cronquist, 1981**)

<b>règne</b>	Plantae
<b>Division</b>	Magnoliophyta
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Ordre</b>	Sapindales
<b>Famille</b>	Rutaceae
<b>Genre</b>	Citrus

#### **I.4. Composition nutritionnelle du fruit**

Le citron est l'un des agrumes les plus riches en eau, vitamines et minéraux. Il contient environ 89 g d'eau dans 100 g de citron selon sa maturité, plus de 10 minéraux essentiels pour la santé, ainsi que des polyphénols, glucides et protéines (**Ciquel, 2017**).

La composition moyenne donnée à titre indicatif se trouvant dans 100 g de citron est indiquée dans **les tableaux I.2, I.3, I.4, et I.5** : les valeurs sont à considérer comme des ordres de grandeur, susceptibles de varier selon les variétés, la saison, le degré de maturité, les conditions de culture, etc.

**Tableau I.2** : Composition de polyphénols pour 100g de citron net (**Ciquel, 2017**)

<b>Polyphénols</b>	<b>Quantité</b>
<b>Flavonoïdes</b>	36.89 mg
<b>Lignanes</b>	0.02mg
<b>Polyphénols totaux</b>	36.91 mg

**Tableau I.3 :** Composition en vitamines pour 100gr de citron net (Ciqual, 2017)

<b>Vitamines</b>	<b>Quantité</b>	<b>Min - Max</b>
<b>Provitamine A Bêta-carotène</b>	3 µg	-
<b>Vitamine A</b>	0.5 µg	-
<b>Vitamine B1</b>	0.043 mg	0.034 - 0.06 mg
<b>Vitamine B2</b>	0.025 mg	0.02 - 0.0034 mg
<b>Vitamine B3</b>	0.15 mg	0.1 - 0.23 mg
<b>Vitamine B5</b>	0.21 mg	0.19 – 0.23 mg
<b>Vitamine B6</b>	0.07 mg	0.045 - 0.1 mg
<b>Vitamine B9</b>	21.5 µg	11 - 32 µg
<b>Vitamine C</b>	51 mg	49 - 53 mg
<b>Vitamine E</b>	0.48 mg	0.15 - 0.8 mg

**Tableau I.4 :** Composition de minéraux et d'Oligo-éléments pour 100gr de citron net.

<b>Minéraux et oligo-éléments</b>	<b>Quantité</b>	<b>Min - Max</b>
<b>Calcium</b>	13.7 mg	12.3 - 48 mg
<b>Cuivre</b>	0.034 mg	0.023 - 0.069 mg
<b>Fer</b>	0.34 mg	0.04 – 0.6 mg
<b>Magnésium</b>	8.54 mg	7.3 – 10.9 mg
<b>Manganèse</b>	0.015 mg	0.011 – 0.04 mg
<b>Phosphore</b>	18.4 mg	16 – 28.5 mg
<b>Potassium</b>	157 mg	138 – 197 mg
<b>Sélénium</b>	2.09 µg	0.12 – 4.9 µg
<b>Sodium</b>	0.99 mg	0.12 – 4.9 mg
<b>Zinc</b>	0.054 mg	0.016 – 0.3 mg

**Tableau I.5** : Composition en macronutriments pour 100g net de citron (**Ciqual, 2017**)

Composants	Quantité	Min – Max
<b>Eau</b>	89 g	-
<b>Protéines</b>	0.84 g	0.5 – 1.1 g
<b>Lipides</b>	0.7 g	0.3 – 1.1 g
<b>Acides gras saturés</b>	0.15 g	0.039 – 0.27 g
<b>Glucides</b>	3.1 g	-
<b>Sucre</b>	2.85 g	2.5- 3.2 g
<b>Fibres</b>	1.2 g	-
<b>Acides organiques</b>	4.88 g	-

### I.5. Différentes variétés du fruit

Comme pour tous les autres arbres fruitiers, il existe de nombreuses variétés de citronnier dont les fruits dissemblables ont des époques de maturité différentes, d'après (**Bénédicté et Michel, 2011**), on trouve :

- **Eureka** : d'une graine venue de Sicile en Californie est né en 1860. C'est le citronnier le plus cultivé de la planète.
- **Meyer** : ce citronnier, venant de chine, introduit aux USA au début du siècle par Monsieur Meyer, ses fruits sont moins acides et très juteux.
- **Albovariegata ou le citron panaché** : c'est l'un des plus beaux agrumes, il s'agirait d'une mutation fixée d'une branche d'un citronnier "Eureka ". Sa peau est panachée, sa pulpe est juteuse, rosée, assez douce.
- **Feminello** : c'est la première variété de citron introduite en Italie, se caractérise par une teneur élevée en jus et par la haute qualité des huiles essentielles extraites de sa peau.
- **Fino** : variété d'origine espagnole, très fructifère à l'âge adulte, ses fruits se développent à l'intérieur de l'arbre. Ce fruit possède une chair juteuse acide et parfumée.

### Autres variétés intéressantes

Amalfi, Beterra, Cannelé, Fiasque, Lunari, Malaga, Menton, Poire, Ponderosa Lemon, Verna, Villafranca, Volkameriana (Bénédictte et Michel, 2011).



Figure I.2 : Diversité variétale de citrons (Luro, 2022)

### I.6. Les composés d'intérêts nutritionnels se trouvant dans l'écorce de citron

L'écorce de citron est une source riche en composés d'intérêts nutritionnels, notamment :

- **1.6.1. Flavonoïdes**

Les flavonoïdes sont un groupe de composés phytochimiques présents dans les plantes, y compris dans les écorces de citron. Les flavonoïdes sont des pigments naturels responsables de la couleur des fleurs, des fruits et des feuilles. Ils ont également des propriétés anti oxydantes et anti-inflammatoires qui peuvent être bénéfiques pour la santé humaine (Zubiria, 2021).

Il existe plusieurs types de flavonoïdes, notamment les flavones, les flavanols, les flavanones, les anthocyanes et les isoflavones. Les flavonoïdes présents dans les écorces de citron sont principalement des flavanones, tels que l'hésperidine et la naringine (Alimi, 2017).

### ▪ I.6.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont un groupe de pigments naturels présents dans les plantes, y compris dans les écorces de citron. Ce sont des composés liposolubles qui sont responsables de la couleur orange, rouge et jaune des fruits et légumes. Les caroténoïdes ont également des propriétés anti oxydantes et peuvent être bénéfiques pour la santé humaine (**Zubiria, 2021**).

Il existe plusieurs types de caroténoïdes, notamment le  $\beta$ -carotène, le lycopène et la lutéine. Dans les écorces de citron, les principaux caroténoïdes présents sont le  $\beta$ -carotène et la  $\beta$ -crypto-xanthine (**Higdon, 2012**).

### ▪ I.6.3. Limonoïdes

Les limonodes sont un groupe de composés phytochimiques présents dans les écorces de citron, ainsi que dans d'autres agrumes. Ce sont des terpénoïdes qui ont des propriétés anti oxydantes et peuvent également avoir des propriétés anticancéreuses et anti-inflammatoires.

Les principaux limonoïdes présents dans les écorces de citron sont la limonine et la nomiline, qui sont produits par les plantes pour se protéger contre les insectes et les maladies, et ont été étudiés pour leur potentiel à lutter contre le cancer et les maladies cardiovasculaires (**Pieracci, 2022**).

### ▪ I.6.4. Acides organiques

Les acides organiques sont des composés chimiques présents dans les écorces de citron, ainsi que dans d'autres fruits et légumes. Ce sont des acides carboxyliques qui ont des propriétés acides et contribuent à la saveur et à l'arôme des aliments (**Amzad, 2021**).

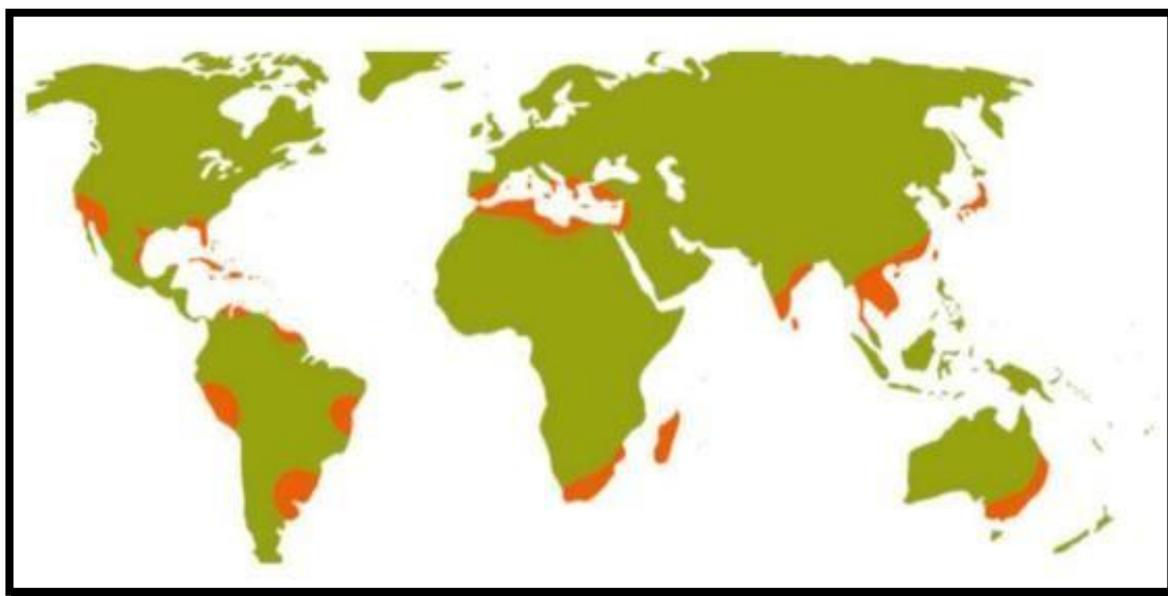
Les principaux acides organiques présents dans les écorces de citron sont l'acide citrique, l'acide malique et l'acide ascorbique (vitamine C). L'acide citrique est le plus abondant et est responsable de la saveur acidulée caractéristique des citrons (**Lefief-Delcourt, 2018**).

Les acides organiques ont également des propriétés anti oxydantes et peuvent contribuer à la santé humaine en protégeant les cellules contre les dommages causés par les radicaux libres.

Il convient de noter que la plupart de ces composés se trouvent en grande quantité dans l'écorce que dans le jus de citron lui-même, ce qui fait de l'utilisation de l'écorce de citron une excellente option pour augmenter l'apport en nutriments (**Amzad, 2021**).

## I.7. Production et répartition géographique du citronnier

Ce sont les influences des conditions climatiques sur les caractéristiques des fruits d'agrumes comme les citrons qui ont été déterminantes dans la répartition géographique de la culture des différentes espèces et variétés d'agrumes, voir la zone orange de la « figure 3 » :



**Figure I.3** : principales régions productrices d'agrumes dans le monde (zones orange)  
(Toumi et mansour, 2019)

### ▪ I.7.1. Dans le monde

En général, le citronnier pousse dans les régions chaudes et subtropicales du monde, où il peut bénéficier d'un ensoleillement important et de températures modérées à élevées. C'est pourquoi l'essentiel de la production mondiale est localisé dans ces zones : bassin méditerranéen, côte californienne et zones semi-tropicales de Piémont (Himalaya, Andes) (Vannière, 2008).

Le citronnier est aujourd'hui largement cultivé dans de nombreuses régions du monde grâce à leur utilité dans plusieurs secteurs, avec un taux de production mondial qui s'élève à **20529.6 milliers de tonnes** en 2019 (FAO, 2021).

D'après le bulletin des statistiques de la production d'agrumes de la **FAO** (Food and agriculture organisation of the United nations), on distingue les principales régions productrices de citronniers dans le **Tableau I.6** ci-dessous :

**Tableau I.6 :** Statistiques de production de citron par continents en 2019 (FAO, 2021).

Continents	Statistiques de production (tonnes)
Afrique	1605.5
Asie	9152.2
Amérique du sud et du nord	8282.6
Europe	1442.2
Océanie	42.9
Monde	20529.6

▪ **I.7.2. En Algérie**

Le citronnier est une culture importante en Algérie, il est largement cultivé dans différentes régions du pays, en particulier dans les régions côtières et les plaines du nord.

Avec un taux de production qui s'élève à **87.0 tonnes** en 2019. L'Algérie est classée en quatrième position au niveau de l'Afrique, en première position **avec 510.5 tonnes** on trouve l'Afrique du sud, en deuxième position avec **338.0 tonnes** l'Egypte et en troisième position le Soudan avec **324.4 tonnes (FAO, 2021)**.

Parmi les principales régions productrices de citron en Algérie : la région de Tlemcen, Oran, Bejaia, Jijel et Skikda. En dehors de ces régions, le citronnier est également cultivé dans d'autres régions du pays, notamment dans les plaines du nord et les régions montagneuses de Kabylie.

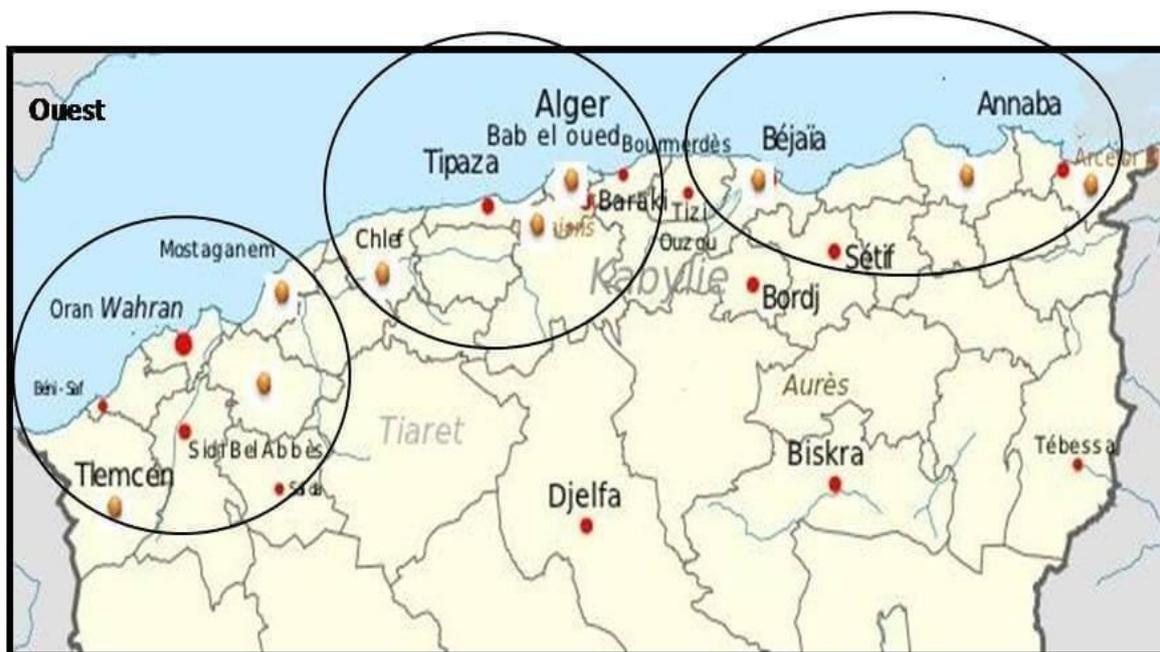


Figure I.4 : répartition de production d'agrumes en Algérie (Khen, 2014)

## I.8. Différentes utilisations dans l'industrie alimentaire

### ▪ I.8.1 Citron

Le citron est un ingrédient polyvalent et largement utilisé dans l'industrie alimentaire pour de nombreuses raisons. Il est utilisé pour ajouter de la saveur, de l'arôme, de la conservation et des propriétés nutritionnelles à une variété de produits alimentaires (Ozaki, 2000).

Le jus et le zeste de citron sont utilisés pour ajouter une saveur acidulée et rafraîchissante à de nombreux produits alimentaires, notamment les boissons, les desserts, les sauces et les plats principaux. En outre, le jus de citron est souvent utilisé pour préserver les fruits et légumes coupés afin d'empêcher leur oxydation et leur brunissement (Ozaki, 2000).

Le citron est également connu pour ses propriétés nutritionnelles. Il est une excellente source de vitamine C, d'huiles essentielles, d'antioxydants et de flavonoïdes, qui peuvent contribuer à la santé humaine en protégeant les cellules contre les dommages causés par les radicaux libres (Bénédictte et Michel, 2011).

En résumé, le citron est un ingrédient très polyvalent et largement utilisé dans l'industrie alimentaire pour ses propriétés gustatives et fonctionnelles.

▪ **I.8.2 L'écorce de citron**

Les écorces de citron représentent généralement 50 à 65 % du poids de fruit entier (**Laufenbergb, 2003**). Ils sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire pour leur saveur unique et leurs propriétés nutritionnelles. Elles sont riches en huiles essentielles, en flavonoïdes et en vitamine C, ce qui leur confère des propriétés anti oxydantes et anti-inflammatoires.

Les écorces de citron sont souvent utilisées pour aromatiser les produits de boulangerie tels que les gâteaux, les muffins et les biscuits, comme elles sont également utilisées pour aromatiser les produits laitiers tels que le yogourt et la crème glacée, ainsi que pour la préparation de boissons telles que le thé et les cocktails (**Toumi et mansour, 2019**).

Les écorces de citron sont également utilisées pour la production d'huile de citron, qui est largement utilisée dans l'industrie alimentaire pour aromatiser les aliments et les boissons.

En outre, les écorces de citron sont une source riche en pectine qui est une substance cruciale dans l'industrie alimentaire car c'est un agent gélifiant, épaississant et stabilisant ; qui est souvent utilisé dans la production de confitures, de gelées de marmelades et de sauces alimentaires (**Kanmani, 2014**).



Figure 1.5 : Ensemble de produits alimentaires à base de citron

## Bibliographie

- Alimi H, Hfaiedh N 2017; Flavonoids from Structure to Health Issues, Elsevier Science Et Technologie
- Amzad H, Rahman M, 2021; Hplc Profiling of Phenolic Acids and Flavonoids of Citrus Lemon
- Bénédicte Et Michel Baches 2011 ; Agrumes, Comment Les Choisir Et Les Cultiver Facilement
- Ciqual, 2017 Table De Composition Nutritionnelle Des Aliments Est Publiée Par L'observatoire Des Aliments, Detailed Composition Of Citrus Lemon.
- Cronquist, A. (1981) An Integrated System of Classification of Flowering Plants. Columbia University Press, New York, 248-250.
- Anne Etorre, Perrine Et Etienne Schaller 2022 ; Le Grand Livre Des Agrumes
- Fao, 2021; Citrus Fruit Statistical Compendium Rome
- Higdon J, Drake V 2012; An Evidence Based Approach to Vitamins and Minerals; Health Benefits and Intake Recommendations
- Huet Raymond 1991 ; Les Huiles Essentielles D'agrumes, Fruits, 46 Pp
- P. Kanmani, E. Dhivya, J. Aravind and K. Kumaresan, 2014. Extraction and Analysis of Pectin from Citrus Peels: Augmenting The Yield from Citrus Limon Using Statistical Experimental Design. Iranica Journal Of Energy And Environment, 5 (3) : 303-312
- Khen Ouissam 2014 ; Contraintes De Production Des Agrumes
- Ganther Laufenberg, Benno Kunz, Marianne Nystroem,
- Lefief Delcourt Alix 2018 ; Le Grand Livre Des Secrets Du Citron (Santé, Beauté, Maison)
- François Luro, Gilles Costantino, Patrick Oitroult, Franck Curk 2022, Origine Et Evolution De La Diversité Des Agrumes.
- Ozaki Y, Miyak M Et Al, 2000 ; Limonoid Glucosides Of Satsuma Mandarin 107-119
- Pieracci Y, Pistelli L Cecchi 2022; Phytochemical Characterization of Citrus Based Products Supporting Their Antioxydant Effect Ans Sensory Quality Foods

- Toumi Khadija Mlle. Mansour Linda, 2019. Mémoire : Valorisation Des Sous-Produits De Citron Université Abdelhamid Ibn Badis- Mostaganem
- Henri Vannière 2008, La Culture Du Citronnier, Publié Par L'observation Des Marchés De Cirad N\* 157
- Léa Zubiria 2021 ; Le Citron Et Ses Bienfaits Pour La Santé 2021, Transformation of Vegetable Waste into Value Added Products. (A) The Upgrading Concept; (B) Practical Implementations, Bioresource Technology, Volume 87, Issue 2 Pages 167-198, 501-513

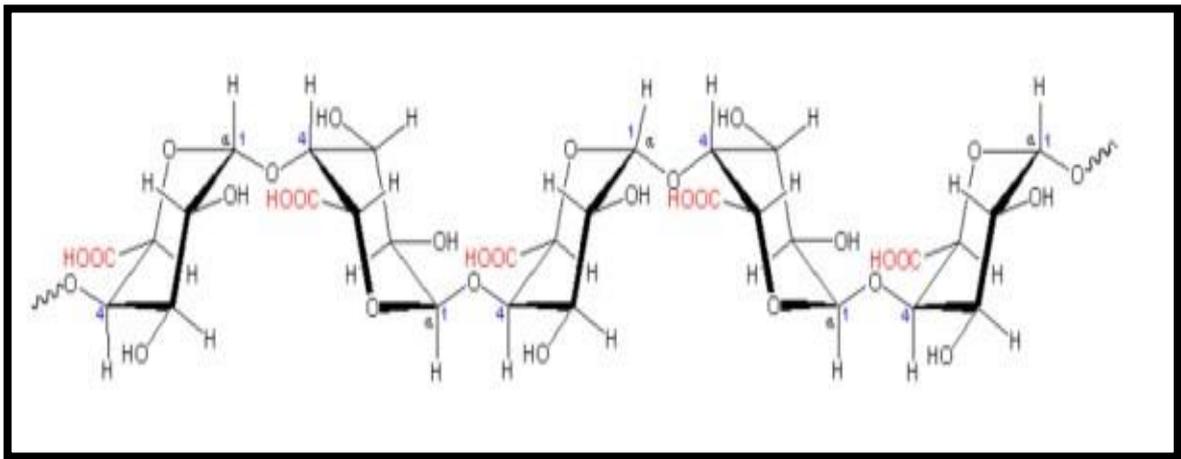
## *Chapitre II : Généralités sur les pectines et leurs propriétés physiques chimiques*

### II.1. Définition de la pectine :

Les pectines sont des substances d'origine végétale, ce sont des polysaccharides complexes que l'on retrouve principalement dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des plantes. Elles jouent un rôle important dans l'adhésion et le maintien des cellules des tissus végétaux en formant un ciment rattachant les cellules les unes aux autres. Elles sont constituées essentiellement par des résidus d'acide galacturonique (Gal A) liés entre eux par des liaisons  $\alpha$ -(1-4), partiellement acétylés ou estérifiés par des groupes méthyles. **(Combo et al, 2011)**

C'est Henri Braconnot, en 1825 qui isola pour la première fois la pectine, et lui donna ce nom en référence au mot grec « Pektos » et qui veut dire : ferme/rigide. **(Nicklès, 1856)**

Ces substances ont fait l'objet de nombreuses recherches portant notamment sur leurs fonctions au sein de la paroi végétale, leur structure chimique et leur caractérisation en tant qu'additifs. Toutes ces recherches ont conduit au développement de nombreuses applications dans des domaines aussi différents que l'industrie cosmétique, plastique et pharmaceutique, mais l'utilisation la plus importante se situe dans l'industrie alimentaire où les pectines sont essentiellement utilisées comme agents de texture, gélifiants, stabilisants et épaississants **(Mesbahi et al, 2005)**.



**Figure II.1 : la pectine (Tilly 2010)**

## II.2. Structure moléculaire de la pectine :

Du point de vue chimique la pectine est une substance hétéro-polysaccharide anionique qui joue un rôle important dans la structure et la fonction des parois cellulaires des plantes, composée majoritairement d'un enchainement par des liaisons  $\alpha$  (1-4) d'acides D-galacturoniques. (Chetouani, 2015).

La pectine est composée de trois constituants majeurs (Combo et al, 2011) :

### ▪ II.2.1. Les Homogalacturonanes (HGA) :

Les homogalacturonanes (HGA) sont des polysaccharides linéaires constitués d'unités répétées d'acide galacturonique (GalA) liées par des liaisons glycosidiques  $\alpha$  (1→4), ce sont des polymères de GalA.

Le HGA est le composé majeur de la pectine, qui est un mélange complexe de polysaccharides que l'on trouve dans les parois cellulaires primaires des plantes.

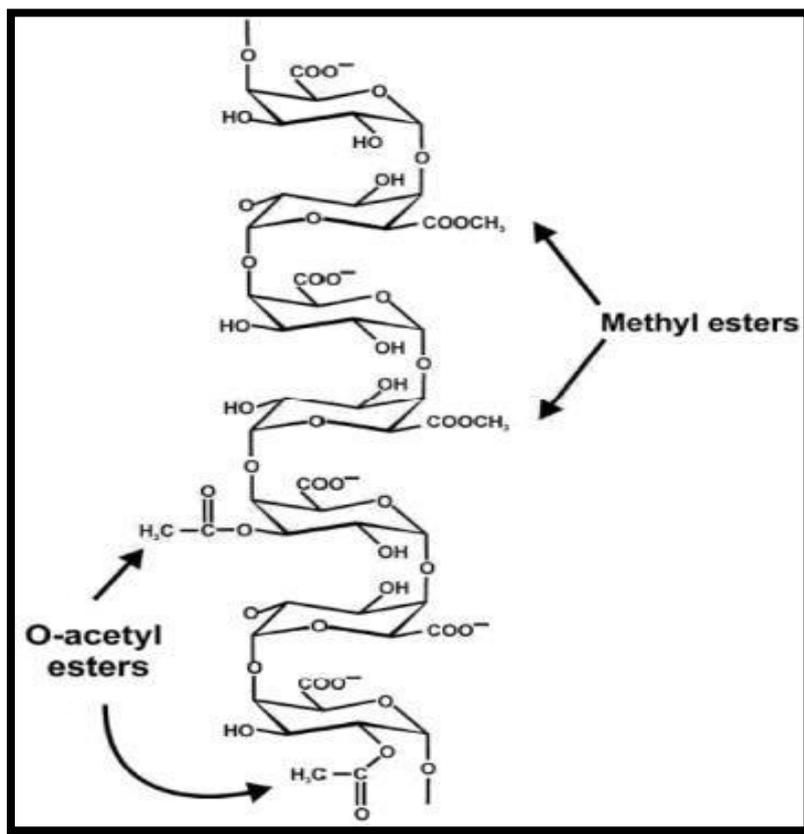
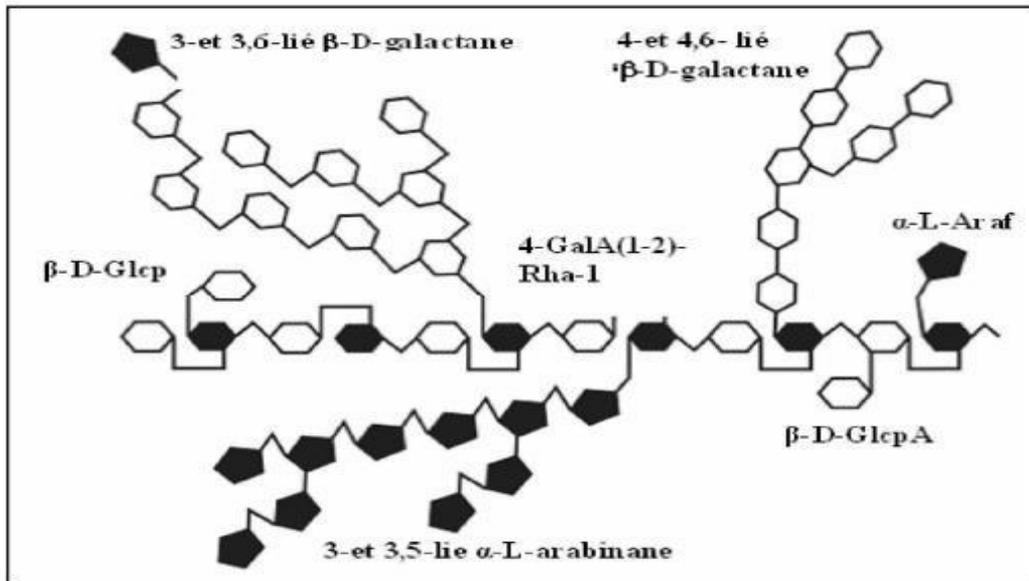


Figure II.2 : Structure de l'homogalacturonane (HG) d'après (Ridley et al, 2001)

▪ **II.2.2. Les Rhamnogalacturonanes I (RGI) :**

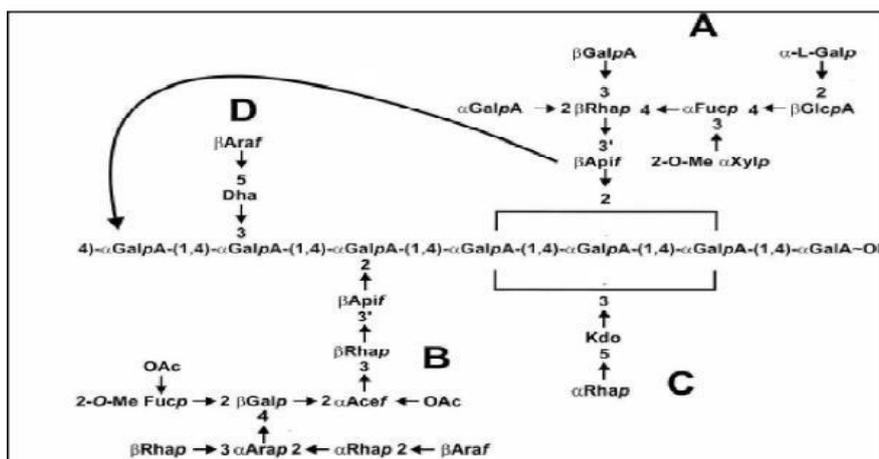
Les Rhamnogalacturonanes (RG-I) sont des hétéropolysaccharides présents dans la paroi cellulaire des plantes. Ils sont constitués de deux types de sucres : le galacturonate (un sucre acide) et le rhamnose (un sucre neutre). Ils sont liés à d'autres composants de la paroi cellulaire, tels que la cellulose et les protéines, pour former une structure complexe qui donne à la plante sa forme et sa rigidité.



**Figure II.3 :** Représentation d'une portion d'homogalacturonane de type (I)  
(Ridley et al, 2001)

▪ **II.2.3. Les Rhamnogalacturonanes II (RGII) :**

Les RG-II sont des polysaccharides avec une structure complexe qui semble être remarquablement conservée à toute les plantes vasculaires. Ils sont composés de 12 résidus glycosyl différents dont D- rhamnose, apiose, D- galactose, Lgalactose, acidegalacturonique, L- arabinose, xylose, et l'acide L acérique, liés entre eux par au moins 21 liaisons glycosidiques distinctes.



**Figure II.4 :** Structure d’un complexe de rhamnogalacturonane de type (II) (Ridley et al, 2002)

### II.3. Les différentes sources de pectine :

Bien que les pectines puissent être extraites d'un grand nombre de végétaux comme le montre le (Tableau II.1), les sources industrielles principales sont le marc de pomme et les écorce d'agrumes (citron, orange) (Kashyap et al, 2001).

**Tableau II.1 :** Principales sources de pectines d'intérêt industriel (Fang Et Al, 2008)

Fruit	Teneur en substances pectique (% du poids frais)
Zeste d’orange	3.5-5.5
Zeste de citron / pulpe	2.5-4.0
Pomme	0.5-1.6
Banane	0.7-1.2
Pêche	0.1-0.9
Fraise	0.6-0.7
Tomate	0.2-0.6
Carotte	0.2-0.5
Mangue	0.26-0.42
Ananas	0.04-0.13

## II.4. Propriétés physiques chimiques des pectines :

Les pectines sont des polysaccharides biodégradables, renouvelables et présentent plusieurs propriétés physiques chimiques importantes, telles que la solubilité, la capacité de gélification, les propriétés émulsifiantes et épaississantes. (Willats et al, 2006)

### ▪ II.4.1. Solubilité et précipitation :

Les pectines sont des hydro colloïdes, c'est-à-dire des polysaccharides qui, par définition, sont solubles dans l'eau et insolubles dans la plupart des solvants organiques. Cette propriété est à la base même de leur valorisation dans le secteur agro-alimentaire. (Chen et al, 2015)

La solubilité des pectines est conditionnée par un certain nombre de facteurs liés essentiellement à leurs structures et notamment : leur masse moléculaire, l'importance de leur taux de ramification, la valeur de leur degré de méthyl estérification ainsi que la répartition des groupements méthyl ester le long de la chaîne pectique. Il est admis qu'une pectine sera d'autant plus soluble que sa masse moléculaire est faible, que sa structure est fortement ramifiée et que ces fonctions carboxyliques sont engagées dans une estérification avec le méthanol (taux de méthyl estérification fort). En règle générale, la solubilité diminue avec l'augmentation de la force ionique. (Yapo et al, 2007)

La précipitation de la pectine est une méthode basée sur la solubilité de la pectine dans l'eau en fonction de son degré d'estérification et de la concentration en ions calcium. Elle est généralement effectuée en ajoutant un excès d'éthanol ou d'isopropanol à une solution de pectine, ce qui provoque la formation de précipités de pectine insolubles dans l'alcool. (Chen et al, 2015)

### ▪ II.4.2. Stabilité :

Les pectines en solution sont stables à pH 3-4. Pour des pH < 3, et à basse température, les groupements acétyles et méthyles sont déstabilisés et les sucres neutres sont hydrolysés. Si la température augmente l'hydrolyse est accélérée. En milieu alcalin et à basse température, les groupements esters sont saponifiés. En milieu neutre et à température ambiante, la saponification est accompagnée de la réaction de dépolymérisation. (Chetouani, 2015)

Cette dégradation a lieu uniquement dans les liaisons glycosidiques et dans les résidus de l'acide galacturonique méthoxylés. À des températures  $>60^{\circ}\text{C}$ , la dégradation n'a lieu qu'à pH légèrement acide (pH proche de 5)

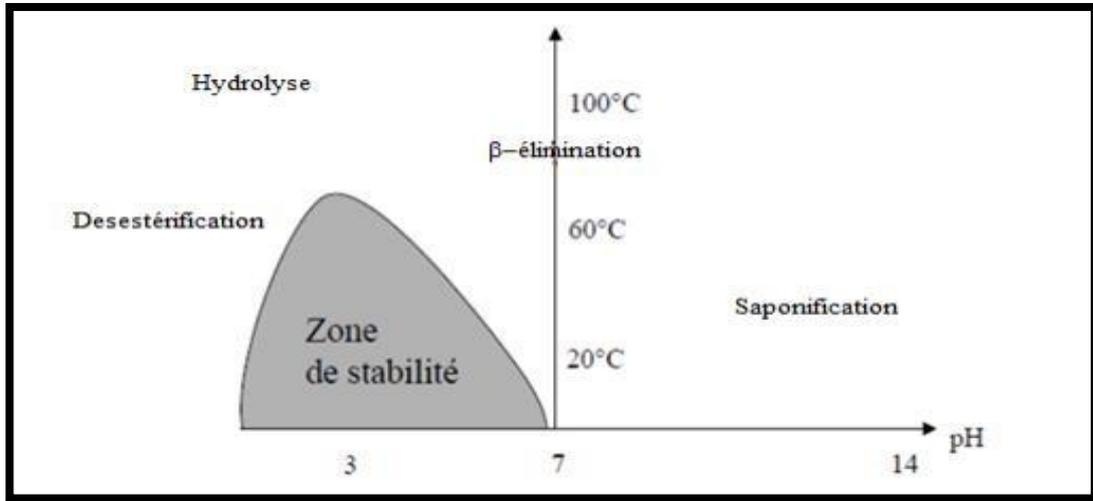
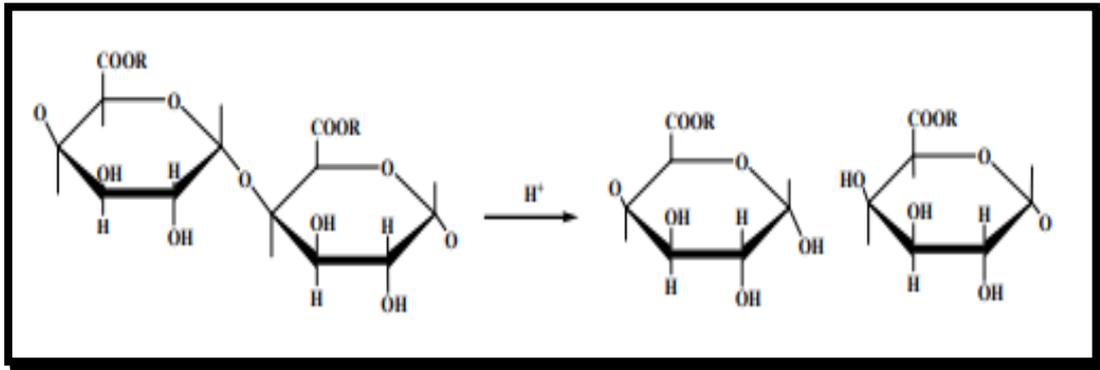


Figure II.5 : Stabilité de la pectine (Renard, 2010).

▪ II.4.3. Dégradation chimique :

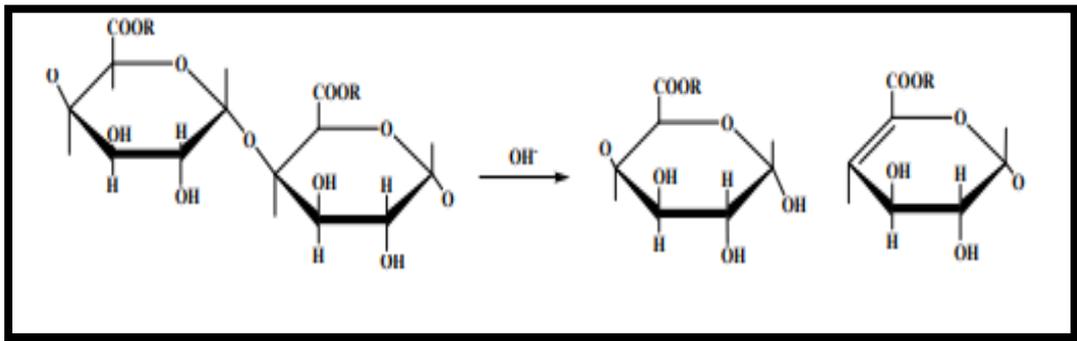
La pectine est sujette à une dégradation chimique sous certaines conditions, telles que l'exposition à des températures élevées, à des pH extrêmes ou à des enzymes pectolytiques. La dégradation de la pectine peut entraîner une diminution de ses propriétés fonctionnelles et de sa qualité, notamment sa capacité à former des gels et à stabiliser les suspensions. (Chetouani, 2015). Les substances pectiques en solution peuvent subir trois grands types de dégradation :

- Des désestérifications, réactions classiques qui libèrent le méthanol et forment des pectates.
- Des dépolymérisations, soit par hydrolyse (acide ou enzymatique) des liaisons  $\alpha$  (1-4) en milieu acide.



**Figure II.6 :** Réaction de dépolymérisation par hydrolyse (Chetouani, 2015)

- Soit par des réactions de  $\beta$ -élimination qui provoquent la rupture des liaisons glycosidiques adjacentes à un groupe estérifié entre les résidus d'acides galacturoniques et l'apparition d'une double liaison entre les carbones C-4 et C-5 en milieu neutre à basique.



**Figure II.7 :** réaction de  $\beta$ -élimination qui provoque la rupture des liaisons glycosidiques. (Chetouani A, 2015)

#### ▪ II.4.4. Emulsification :

L'émulsification est le processus de mélange de deux liquides non miscibles, tels que l'huile et l'eau, en présence d'un agent émulsifiant pour former une émulsion stable. Les agents émulsifiants fonctionnent en abaissant la tension superficielle entre les deux liquides et en stabilisant les gouttelettes d'huile dans la phase aqueuse.

La seule substance hypocyloïde commercialement reconnue comme émulsifiante est la gomme arabique (Akhtar et al, 2002). Cependant, la cherté de celle-ci amène les industriels à

rechercher d'autres hypocyloïdes pouvant émulsifier des systèmes huile dans eau comme les pectines de betteraves, de macs de pommes et d'agrumes. (**Ptichkina et al, 2008**)

Le mécanisme d'émulsification des pectines commence par la formation des gouttelettes d'émulsion, par la fraction protéique, par son caractère amphotère, ensuite ces gouttelettes sont stabilisées par les chaînes polysaccharidiques hydrophiles qui fournissent une couche protectrice épaisse le long des molécules. Les études de (**Leroux et al, 2003**), démontrent qu'une forte stabilité d'émulsification est liée à la présence des groupements acétyles.

▪ **II.4.5. Viscosité :**

La viscosité est la grandeur qui relie le taux de cisaillement à la contrainte. Les agents dits viscosifiants ont la propriété de modifier le comportement de la phase continue, sans former des zones de jonction contrairement aux gélifiants et certains stabilisants. La pectine HM possède cette caractéristique due à son haut poids moléculaire. Ainsi, on retrouve son utilisation dans les boissons fruitées (**Joaquim, 2018**)

▪ **II.4.6. Propriétés gélifiantes :**

En industrie alimentaire les pectines commerciales sont utilisées comme étant un additif alimentaire, dont le code est de : SIN 440. (**Ahmed-Nacer, 2012**)

La principale caractéristique physico-chimique recherchée est leur pouvoir de gélification. Les gels de pectines sont des gels physiques formés par association locale entre les chaînes macromoléculaires au niveau des zones de jonction. Les gels se forment en plusieurs étapes durant le refroidissement. Tout d'abord les molécules de pectines se réunissent en fibrilles puis celles-ci se rassemblent en paquets, ces derniers s'agrègent en réseau. D'autres molécules de pectines viennent s'associer au réseau formé. (**Joaquim, 2018**)

Généralement, les pectines sont caractérisées par leur degré de méthylation (DM) défini comme étant le pourcentage de groupements carboxyles estérifiés par le méthanol. Le DM est un paramètre important qui influe sur le processus et le mécanisme d'association des pectines dans la formation des gels. (**Combo et al, 2011**). Ainsi, en fonction du DM, on distingue :

- Les pectines HM (hautement méthylées) : ce sont les pectines dont le degré d'estérification est supérieur à 50%.
- Les pectines LM (faiblement méthylées) : ce sont les pectines dont le degré d'estérification est inférieur à 50%.

Les pectines HM forment des gels en présence de sucres neutres ou en milieu acide, alors que les LM forment des gels en présence de calcium. Mis à part le DM, le pH, la concentration en sucre ou acide, la présence de chaînes latérales, le degré de polymérisation (DP) et la température jouent également un rôle important dans la formation d'un gel. (Capel et al, 2006)

▪ **II.4.7. Propriétés épaississantes :**

Les pectines sont des matières épaississantes anioniques, l'ajout de pectine à un produit alimentaire complexe, comme la confiture, modifie la perception de la saveur. Cette dernière dépend du type de pectine et des composés d'arôme.

L'ensemble des études menées dans ce domaine 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. (Ptichkina et al, 2008).

**II.5. Extraction de la pectine :**

▪ **II.5.1 Par hydrolyse en milieu acide :**

L'extraction des pectines de la matière première est habituellement effectuée par le traitement acide (pH 1,5 - 3) à température élevée (70 à 90 °C), en utilisant l'acide citrique, l'acide nitrique ou, dans certains cas, l'acide sulfurique. Cette étape permet l'extraction et la solubilisation des matériaux de pectine des tissus végétaux. L'extrait de pectine est alors séparé des résidus de peau ou de pulpe par des procédés de filtration ou de centrifugation. Cette substance est alors séparée de l'extrait purifié par précipitation avec de l'alcool (isopropanol, éthanol ou méthanol) ou par la précipitation avec des sels insolubles, par l'addition d'un cation polyvalent, habituellement l'aluminium. (Tilly et al, 2010)

Le précipité obtenu est lavé avec de l'alcool et filtré pour enlever les impuretés solubles, et finalement séché et broyé en poudre. (Lopes Da Silva et al, 2006)

Les conditions d'extraction (pH, température, temps et agitation) doivent être optimisées pour obtenir chaque type de pectine avec des rendements acceptables.

▪ **II.5.2 Autres méthodes d'extraction de la pectine :**

Il existe d'autres options pour l'extraction de la pectine comme (Joaquim, 2018) :

- Extraction par micro-ondes.

- Extraction enzymatique
- Extraction par chauffage assisté par ultrasons
- Extraction par l'autoclave

## II.6. Utilisations des pectines dans les industries :

### • II.6.1. L'industrie Alimentaire :

Comme il a été déjà cité en supra, les pectines forment un gel dans certaines conditions. Cette propriété leur donne un grand intérêt dans l'industrie alimentaire grâce à leurs utilisations comme agent texturant (gélifiant, épaississant et stabilisant), en raison de sa grande stabilité aux effets du pH acide et du traitement thermique. (Voragen et al, 1995)

Les pectines sont utilisées comme additif alimentaire sous le numéro E440, dans la préparation des confitures, des marmelades et des gelées. Des études récentes ont montré qu'elles peuvent être utilisées comme stabilisateur d'émulsion et notamment pour les acides des produits laitiers. (Ahmed-Nacer, 2012). Le choix du type de pectine est déterminant et dépend du type de produits et du processus de préparation, car il influence la texture du produit final et le choix de la température de gélification.

Le tableau II-2 présente quelques exemples d'utilisation des pectines dans les confitures, gelées et confiseries.

**Tableau II.2 :** Utilisation des pectines dans les confitures, gelées et confiseries (Rolin, 1993).

Produit	pH	Quantité de pectines
Confiture à teneur élevée en sucre	3.0-3.5	0.2-0.5%
Confiture à teneur faible en sucre	3.1-5.5	0.5-0.8%
Gelée à teneur élevée en sucre	2.9-3.2	0.4-0.8%
Préparation de fruits pour yaourt	3.6-4.0	0.3-0.5%
Coulis de fruit	3.0-4.0	0.3-0.6%
Confiserie à base de fruits	3.5	1.5%
Confiserie sans fruits	4.2-4.8	2.0-2.5%

• **II.6.2. Autres industries :**

Jusqu'en 2002, la pectine était l'un des ingrédients principaux utilisés dans des pastilles pour le mal de gorge comme adoucissant. Dans les produits cosmétiques, elle agit en tant que stabilisateur et est employée dans les préparations curatives de blessures et particulièrement et surtout dans les adhésifs médicaux, tels que les dispositifs de colostomie (**Pranati et al, 2011**).

Comme prophylactique naturel, la pectine agit contre l'empoisonnement des cations toxiques. Elle s'est montrée efficace dans l'élimination du plomb et du mercure dans l'appareil gastro-intestinal et les organes respiratoires. Lorsqu'elle est injectée par voie intraveineuse, elle réduit le temps de coagulation du sang prélevé. De ce fait, elle est utile dans le contrôle de l'hémorragie ou de saignement local. Les combinaisons de celle-ci avec d'autres colloïdes ont été largement utilisées pour traiter la diarrhée, particulièrement chez les enfants en bas âge (**Pranati et al, 2011**).

Dans les formulations à libération contrôlée, les hydrogels de pectine se trouvent dans les comprimés comme liant (**Sriamornsak, 2003**). La pectine s'est révélée aussi d'une action prometteuse dans les colites ulcéreuses, la maladie de crohn et du cancer du côlon (**Pranati et al, 2011**).



**Figure II.8 :** poudre de pectine industrielle

**Bibliographie :**

- Ahmed-Nacer S, 2012. These ; Influence Des Pectines Sur Les Propriétés Nutritionnelles Et Physico-Chimiques D'une Protéine Allergène : La B-Lactoglobuline.
- Akhtar M., Dickinson E., Mazoyer J. & Langendorff V. (2002). Emulsion Stabilizing Properties Of Depolymerized Pectin. *Food Hydrocolloids*, 16, 249- 256.
- Capel F Et Al ; 2006. Calcium And Acid Induced Gelation Of Amidated Low Methoxyl Pectin, *Food Hydrocolloids*, 901-907.
- Chen J, Liu W., Liu C-M., Et Al. 2015. « Pectin Modifications : A Review ». *Critical Reviews In Food Science And Nutrition* 55 (12): 1684-1698
- Chetouani Asma ; 2015.These ; Elaboration Et Bioévaluation De Nouvelles Classes D'hydrogels A Base De Pectine Avant Et Après Son Oxydation Par Le Periodate Et/Ou Par Le Chlore Actif Et Etude De Leurs Effets Sur Les Comportements Physico-Chimiques Et Biologiques De La Gélatine Et Du Chitosane.
- Combo Agnan Marie Michel, Aguedo Mario, Paquot Michel ; 2011 ; Les Oligosaccharides Pectiques, Production Et Applications Possibles, *Biotechnol. Agron. Soc. Environ* (1), 153-164
- Fang Yet Al ; 2008.Binding Behavior Of Calcium To Polyuronates : Comparison Of Pectin With Alginate. *Carbohydr Polym.* 334-341
- Joaquim M, 2018 ; Thèse : La Pectine ; Applications D'un Polymère Biodégradable Dans Le Domaine De La Santé.
- Kashyap D, Vohra P Chopra S Et Tewari R., 2001, Applications Of Pectinases In The Commercial Sector : A Review. *Bioresour. Technol*, 215-227.
- Leroux J., Langendorff V., Schik G., Vaishnav V. & Mazyer J. 2003. Emulsion Stabilising Properties Of Pectin. *Food Hydrocolloids*, 17, 455-462
- Lopes Da Silva J. A. & Rao M.A. 2006. Pectins: Structure, Functionality, And Uses. In *Food Polysaccharides And Their Applications*. Taylor & Francis Group, 2nd Ed., 353-411.
- Mesbahi G, Jamalian J Et Farahnaky A ; 2005.A Comparative Study On Functional Properties Of Beet And Citrus Pectins In Food Systems.*Food Hydrocolloids* 19 ; 731-738

- M J Nickles 1856 ; Braconnot, Sa Vie Et Ses Travaux - Nancy
- Pranati S., Rishabha M. 2011 ; « Sources Of Pectin, Extraction And Its Applications In Pharmaceutical Industry– An Overview ». Indian Journal Of Natural Products And Resources, 2(1), Pp. 10-18.
- Ptichkina N.M., Markina O.A. & Rummyantseva G.N. (2008). Pectin Extraction From Pumpkin With The Aid Of Microbial Enzymes. Food Hydrocolloids, 22, 192-195
- Renard C. ; 2010 ; « Les Pectines Dans La Paroi Végétale », Université Avignon. France.
- Ridley B.L, O’neill M.A. & Mohnen D.2002 Pectins: Structure, Biosynthesis & Oligalacturonides – Related Signaling. Phytochemistry,
- Rolin, C.,1993. Pectin. In: Whistler, R. L.; Bemiller, J. N. (Ed.). Polysaccharides And Their Derivatives. Academic Press, San Diego.
- Sriamornsak P. 2003 ; « Chemistry Of Pectin And Its Pharmaceutical Uses, A Review », Silpakorn University International Journal, 3, Pp. 206-228
- Tilly G. 2010. « Pectines ». Techniques De L’ingénieur 1-11. Tran V-T., Benoît J-P. Et Venier-Julienne M-C. 2011. « Why And How To Prepare Biodegradable, Monodispersed, Polymeric Microparticles In The Field Of Pharmacy? » International Journal Of Pharmaceutics 407: 1-11
- Voragen F., Schols H., Visser R.2003 ; «Advances In Pectin And Pectinase Research». Kluwer Academic Publishers. The Netherlands, Pp. 76
- Ma X., Xu Y., Et Al. 2015. « Ultrasound-Assisted Heating Extraction Of Pectin From Grapefruit Peel: Optimization And Comparison With The Conventional Method ». Food Chemistry 178 : 106-114.
- Willats Wgt, Knox J Et Mikkelsen J ; 2006. Pectin New Insights Into An Old Polymer Are Starting To Gel.
- Yapo, B, Robert C, Etienne I, Paquot M ; 2007. Effect Of Extraction Conditions On The Yield, Purity And Surface Properties Of Sugar Beet Pulp Pectin Extracts. Food. Chemistry., 100, 1356-1364

### Chapitre III : Matériel et méthodes d'analyses

Ce travail a été réalisé au niveau du Laboratoire de génie de l'environnement et le laboratoire des procédés membranaires et des techniques de séparation et de récupération. Les expériences ont été faites durant une période de trois mois, allant de mars à juin 2023.

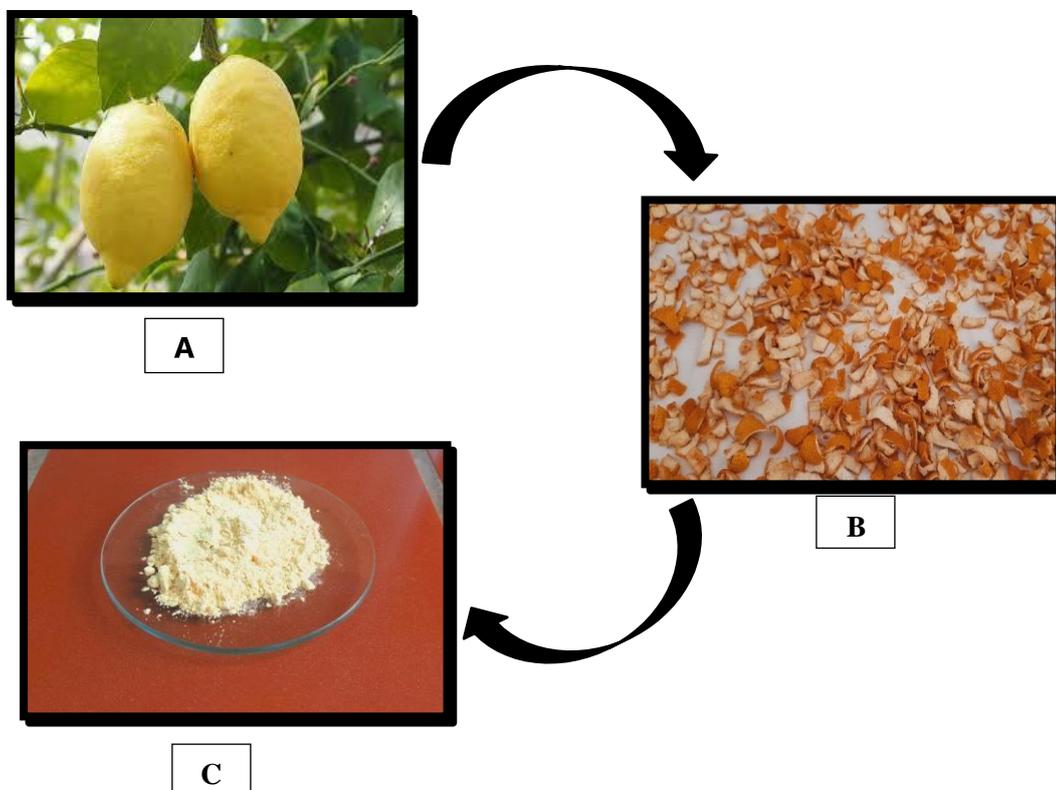
Le chapitre suivant est consacré à la présentation du matériel, au protocole expérimental et les techniques d'analyses utilisés au cours de ce travail, Il est divisé en trois parties.

#### III.1. Présentation du matériel :

##### III.1.1. Matériel végétal :

Dans cette étude nous avons utilisé la poudre (CB) d'écorces de citron comme matière végétale ; récolté à Boufarik – Algérie en février 2023.

Elle a été obtenue à partir d'écorces de citron qui ont été séché à 50 °C pendant une dizaine de jours et broyé jusqu'à obtenir une poudre qui est ensuite tamisée à l'aide d'un tamiseur de 0,2 mm, puis elle est conservée dans des bocaux en verre à l'abri de la lumière et placée dans un dessiccateur pour éviter qu'elle soit humidifiée.



**Figure III.1** : Etapes d'obtention de la poudre d'écorces de citron (A : citron / B : écorces séchées/ C : poudre)

### ▪ III.1.2. Matériel :

Ci-joint la liste du matériel utilisés lors des manipulations :

- Pipette pasteur
  - Micropipette
  - Spatule et micro- spatule.
  - Fioles jaugées de 100 ml, 200 ml et 250 ml.
  - Becher de 200 ml ,250 ml et 400 ml.
  - Eprouvettes de 10 ml et de 100 ml.
  - Erlenmeyer de 100 ml et 250 ml.
  - Entonnoir.
  - Baromètres
  - Papier filtre.
  - Papier absorbant.
  - Papier aluminium.
  - Para film.
  - Pissette d'eau distillée.
  - Thermomètre.
  - Verre de montre.
  - Dessiccateur.
  - Tubes gradués de 15 ml.
- ### ▪ III.1.3. Appareillage et logiciels utilisés :
- Les logiciels utilisés sont : *Excel, IRsolution, Origin 2018*
  - Les appareils utilisés sont :
    - Agitateur avec plaque chauffante *AREC.X*

- Centrifugeuse *HETTICH EBA III*.
- Ph mètre *HANNA PH211*.
- Etuve *MEMMERT*.
- Une balance analytique *RADWAG PS 600/C/2*.
- Un broyeur *RETSCH ZM 200*.
- Microscope infra-rouge *THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10*
- Spectrophotomètre Infrarouge *SHIMADZU FTIR -8400 S*
- Compresseur.

▪ **III.1.4. Produits chimiques :**

Ci-joint la liste des produits chimiques utilisés pour la réalisation des expériences :

**Tableau III.1: Réactifs utilisés**

<b>Réactifs</b>	<b>Masse molaire (g/mol)</b>	<b>Pureté %</b>	<b>Formule chimique</b>
Acide citrique	192.13	99.5%	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>
Ethanol	/	96%	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH

➤ **Acide citrique :**

L'acide citrique est un acide organique tricarboxylique présent naturellement dans de nombreux fruits, en particulier les agrumes tels que les citrons et les oranges. Il est utilisé comme régulateur d'acidité, contribuant à ajuster et à équilibrer le pH des aliments et des boissons comme il agit comme un agent conservateur en inhibant la croissance des bactéries, des moisissures et des levures, ce qui prolonge la durée de conservation des produits alimentaires. **(Rhaïem et al, 2013)**

L'acide citrique est très utilisé en industrie alimentaire en raison de ses diverses utilisations ; il est donc un agent acidifiant, un antioxydant, un agent tampon et un exhausteur de goût. Sa dénomination en tant qu'additif alimentaire est E330. **(ANSM, 2017)**.

Nous l'avons utilisé dans l'extraction de la pectine à partir d'écorces de citron pour régulariser le ph des solutions, vu que le citron contient déjà de l'acide citrique.

### III.2. Protocole expérimental :

#### ▪ III.2.1. Extraction de la pectine :

Selon (Rodsamran, 2018), avec quelques modifications :

Une eau déminéralisée ajustée par acide citrique 0,5 M pour atteindre le pH désiré, a été utilisée comme solvant d'extraction.

Trois grammes de particules de poudre d'écorces de citron ont été mélangés dans un bécher avec 150 ml de solvant d'extraction. (Figure IV.6)



**Figure III.2** : le mélange d'extraction

En utilisant l'agitateur avec plaque chauffante (*AREC.X*) ; le mélange d'extraction a été maintenu à une température, temps, ph et agitation différente selon le tableau IV.3. Après extraction, le mélange a été rapidement transféré dans des tubes centrifuges, et placé dans un bain d'eau froide pour le refroidissement.

Les tubes sont ensuite placés dans une centrifugeuse (*HETTICH EBA III*) ou ils ont été centrifugé à 7000 tour/min pendant 15 min.

Le volume de premier filtrat a été mesuré et enregistré en tant que  $V_{\text{filtrat}}$  ( $V_f$  (ml)).  
(Figure IV.7)

Dans l'étape suivante, le filtrat a été coagulé en utilisant un volume égal d'éthanol 96% et laissé 2 h à 4 °C



Figure III.3: le volume du filtrat obtenu après centrifugation.

▪ **III.2.2. Purification de la pectine :**

La pectine coagulée a été séparée par centrifugation, filtré à l'aide d'un entonnoir et lavée trois fois avec de l'éthanol 96% pour se débarrasser des impuretés. La pectine obtenue est sous forme de gel. (Figure IV.8)

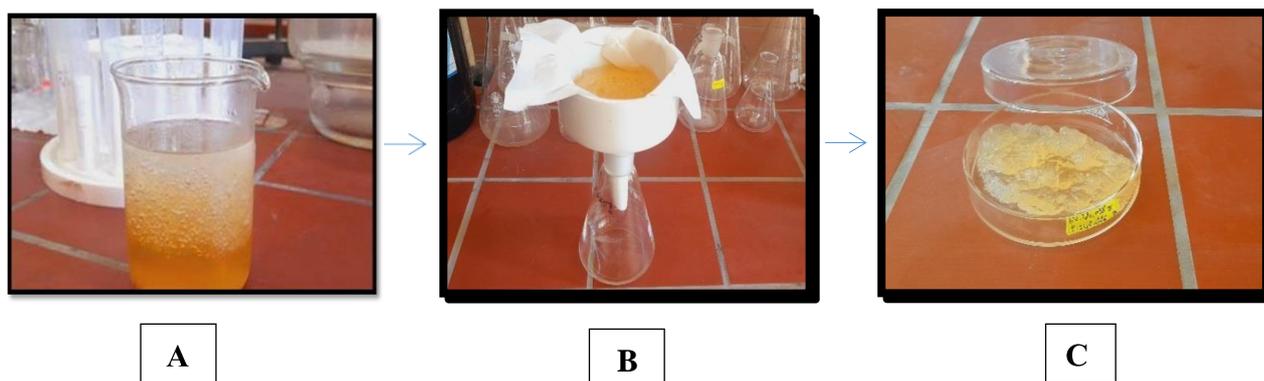


Figure III.4 : Obtention de la Pectine sous forme de gel (A : pectine coagulée / B : filtrage de la pectine/ C : gel de pectine)

▪ **III.2.3. Séchage de la pectine :**

Le gel obtenu a été placé dans des boîtes de pétrie et séché à 50°C dans une étuve (MEMMERT) en calculant son taux d'humidité jusqu'à ce que son poids soit constant.

La pectine séchée a été pesée avec une balance analytique (RADWAG PS 600/C/2) et les masses (m (g)) obtenues sont enregistrés sur le tableau IV.1.

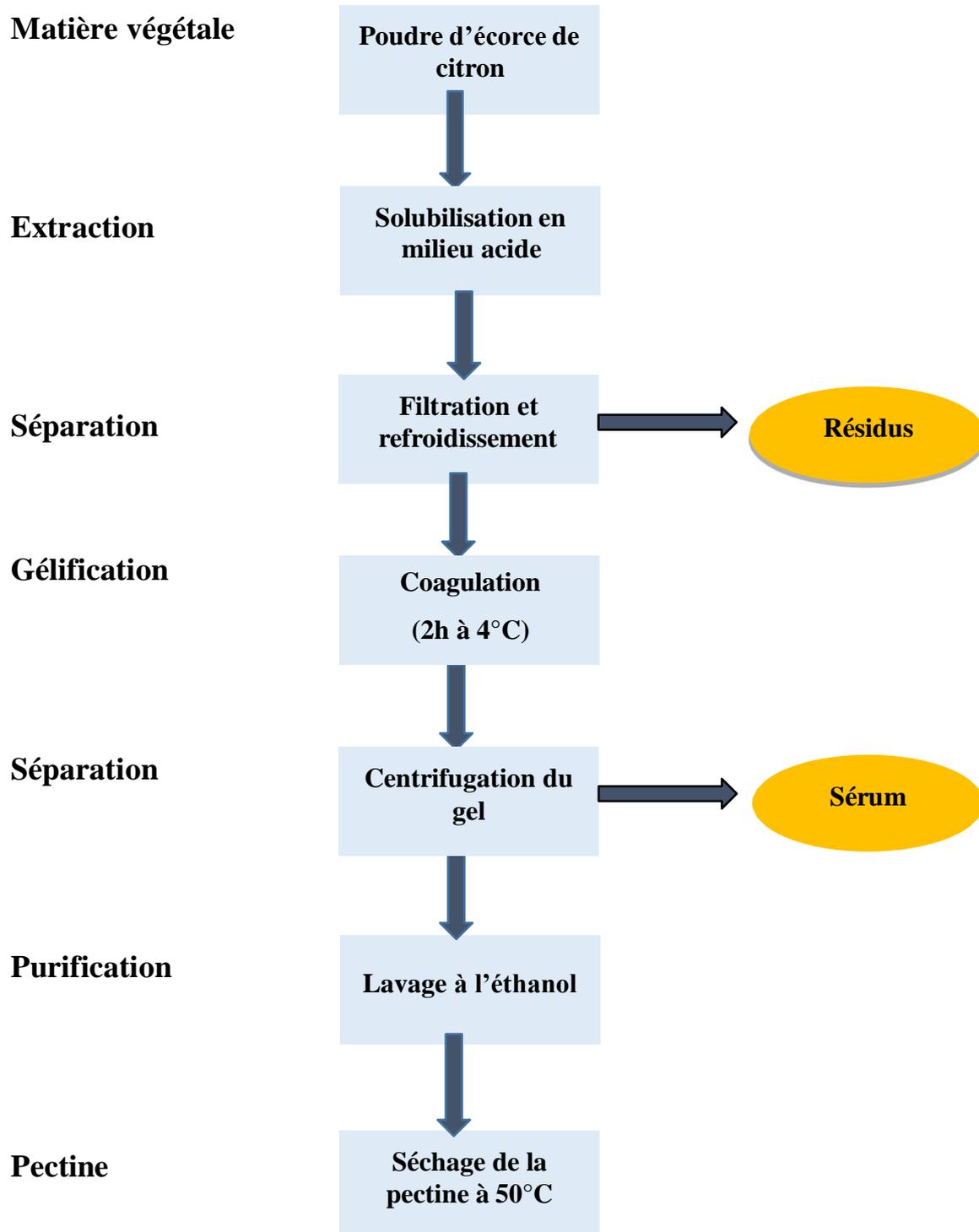


Figure III.5 : Protocole d'extraction de la pectine

### III.3. Techniques d'analyses :

#### III.3.1. Etude de la variation des paramètres fondamentaux sur l'extraction de pectine :

Pour mettre au point le procédé d'extraction de la pectine à partir des écorces de citron par hydrolyse acide, une méthode analytique a été sollicitée afin d'étudier la variation de la température, du temps, du pH et de la vitesse d'agitation, ce qui permet de bien visualiser l'influence de chaque paramètre sur l'extraction de la pectine.

Les valeurs de ces paramètres fondamentaux que nous avons utilisés dans notre étude à savoir le pH, le temps, la température et la vitesse d'agitation sont choisis en se référant aux travaux antérieurs de (Kanmani, 2014) et (Rodsamran, 2018), visant à obtenir le meilleur rendement en pectine.

**Tableau III.2 :** variation des paramètres

Essais	Vitesse (tr/min)	Temps (min)	Température (C°)	Ph
1	200	20	40	1,5
2	200	20	40	5,5
3	200	20	80	1,5
4	200	20	80	5,5
5	200	120	40	1,5
6	200	120	40	5,5
7	200	120	80	1,5
8	200	120	80	5,5
9	600	20	40	1,5
10	600	20	40	5,5
11	600	20	80	1,5
12	600	20	80	5,5
13	600	120	40	1,5
14	600	120	40	5,5
15	600	120	80	1,5
16	600	120	80	5,5
17	400	70	60	3.5

### III.3.2 Rendement de l'extraction de la pectine en % :

Le rendement de la pectine extraite des écorces de citron a été calculée par l'équation de (Rodsamran, 2018) qui est la suivante :

$$R \% = \frac{\text{masse } P_{(g)}}{\text{masse } E_{(g)}} \times 100$$

R% : le rendement de pectine extraite des écorces de citron en pourcentage (%)

Masse P (g) : Masse de pectine sèche en gramme

Masse E (g) : masse de la poudre d'écorce de citron en gramme

### III.3.3. Spectroscopie infra-rouge de Fourier de la poudre d'écorce de citron et de pectine (en film) :

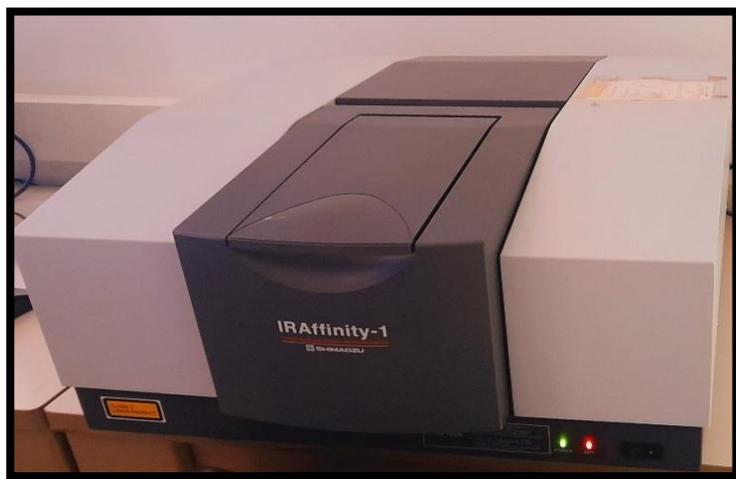
La spectroscopie infrarouge de Fourier (IRTF) est une technique d'analyse utilisée en chimie et en physique pour étudier les vibrations moléculaires. Elle repose sur le principe fondamental selon lequel les molécules absorbent certaines longueurs d'onde spécifiques de la lumière infrarouge, ce qui permet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

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

- 4000 cm<sup>-1</sup> à 1500 cm<sup>-1</sup> : contient les bandes d'allongement correspondant au principal groupement OH, CO, NH<sub>2</sub> etc.
- 1500 cm<sup>-1</sup> à 600 cm<sup>-1</sup> : c'est une région complexe appelé empreinte digital du composé dans laquelle se situe de nombreuses vibrations de déformation ainsi que des bandes d'allongement des liaisons CO tel que les esters, les éthers et alcools.
- 1000 cm<sup>-1</sup> à 600 cm<sup>-1</sup> : c'est une zone très utilisée pour la détermination des structures éthylique et aromatique.

Les spectres IR de la poudre d'écorces de citron et de pectine ont été enregistré sur un spectrophotomètre de type SHIMADZU FTIR -8400 S, connecté à un ordinateur muni d'un logiciel de traitement *IRsolution*.

La poudre a d'abord été mélangé avec du Kbr, ensuite pressée à l'aide d'un compresseur à 80 Kn pour former une pastille, cette dernière est utilisé pour l'analyse spectroscopique.



**Figure III.6 :** Spectrophotomètre Infrarouge *SHIMADZU FTIR -8400 S*

### III.3.4. Analyse microscopique de la pectine :

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

Ce microscope infra-rouge *THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10* nous a permis d'observer des images plus nettes de la pectine obtenue après séchage. Cette dernière a été placée sur une lamelle ou une lumière IR est projetée sur le produit afin de mieux visualiser la couleur, la texture ...



**Figure III.7 :** Microscope infra-rouge *THERMO SCIENTIFIC NICOLET IN10*

**Bibliographie :**

- Ansm ; 2017. Agence Nationale De Sécurité Du Médicament Et Des Produits De Santé.
- Djoudi Lydia & Sahi Sabrina, 2019. Elaboration Et Optimisation Des Films D'emballage Alimentaire A Base De Pla Et D'extrait Ethanolique De Propolis. Université Abderrahmane Mira De Bejaia
- P. Kanmani, E. Dhivya, J. Aravind And K. Kumaresan, 2014. Extraction And Analysis Of Pectin From Citrus Peels: Augmenting The Yield From Citrus Limon Using Statistical Experimental Design. Iranica Journal Of Energy And Environment, 5 (3) : 303-312
- Nourredine R'haiem, Nabila Chahboun, Houria Abed, Abeer Esmail Et Al. 2013. Additifs Alimentaires Du Marché De Kénitra 152(1-4), 53-64
- Rodsamran, P., Sothornvit, R., Microwave Heating Extraction Of Pectin From Lime Peel: Characterization And Properties Compared With The Conventional Heating Method, Food Chemistry (2018)

### *Chapitre IV : Résultats et discussions*

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

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

Dans le tableau IV.1 sont représentées les masses avant le séchage (sous forme de gel) et après séchage (sous forme de films polymères) qui ont été obtenues de l'extraction de la pectine à partir d'écorce de citron en faisant varier les paramètres : vitesse et temps d'agitation, la température et le pH.

D'après les résultats enregistrés, on remarque que les masses diminuent conséquemment après le séchage (à T 50°C), car tous les résidus de solvant d'extraction et de purification se volatilisent.

Le plus grand rendement en matière sèche a été enregistré pour l'expérience N° 15, où la vitesse d'agitation est de 600 tr/min, la température de 80 °C, le temps de 120min et le pH de 1.5.

Dans des études précédentes de la littérature (**Kanmani, 2014**), (**Rodsamran, 2018**), (**combo et al, 2011**), la teneur en pectine dans les écorces de citron représente que 0.5 à 4 % du poids du matériel végétal frais. Tandis que dans les résultats que nous avons obtenus, la masse de pectine extraite a même dépassée dans certains cas, le poids initial de la poudre d'écorce utilisée qui est 3 grammes. Cela peut être attribué à la coexistence d'autres substances déjà présentes dans l'écorce de citron et qui ont été extraites avec la pectine.

Les paramètres des 17 expériences réalisées dans cette étude, avec la variation des quatre paramètres (V, t, T, pH) pour chacune d'elles sont indiqués dans le tableau III.3 (chapitre III).

##### **IV.1.1 Calcul du rendement de pectine en % :**

Le rendement en pectine a été calculé par l'équation suivante :

$$Y\% = \frac{\text{masse } P_{(g)}}{\text{masse } E_{(g)}} \cdot 100$$

**Y%** : le rendement de pectine extraite des écorces de citron en pourcentage (%)

**Masse P (g)** : Masse de pectine sèche en gramme

**Masse E (g)** : masse de la poudre d'écorce de citron en gramme

**Tableau IV.1:** rendement de l'extraction de la pectine

<b>Expériences</b>	<b>Masse avant séchage (g)</b>	<b>Masse après séchage (g)</b>	<b>Rendement %</b>
1	23.880	1,494	49.80
2	8.350	0,173	5.76
3	39.559	2,82	94
4	9.367	0,155	5.16
5	27.316	1,608	53.6
6	8.628	0,131	4.36
7	44.814	3,767	-
8	13.849	0,243	8.1
9	25.880	1,766	58.86
10	7.921	0,15	5
11	42.059	3,252	-
12	8.287	0,159	5.3
13	46.368	2,541	84.7
14	9.425	0,156	5.2
15	39.204	3,948	-
16	10.221	0,189	6.3
17	9.962	0,17	5.66

- D'après les résultats enregistrés sur le tableau IV.1, on remarque que les masses diminuent conséquemment après le séchage qui a été à 50°C, car toute trace de résidus (solvant d'extraction, éthanol...) se volatile.
- Concernant les valeurs des masses obtenues, on remarque que pour certaines expériences les masses ont dépassé les 3grammes qui est la masse de poudre d'écorce de citron utilisée lors de l'extraction de pectine est ce qui n'est pas logique comparé aux études précédentes (**Moussaoui et Tsouri, 2021**), (**Kanmani, 2014**). Car la masse de pectine obtenue ne doit pas dépasser celle initiale, et cela revient à l'influence des paramètres fondamentaux sur l'extraction ou à d'autres facteurs environnementaux comme la température, humidité... Comme ça peut être à cause de l'existence des autres substances déjà présentes dans l'écorce de citron et qui ont été extraites avec la pectine.
- De ce fait, l'expérience 7, 11 et 15 seront éliminées pour la suite de l'analyse car dans les études précédentes, (**Kanmani, 2014**), (**Rodsamran, 2018**), (**combo et al, 2011**). La teneur en pectine dans les écorces de citron représente environ 0.5 à 5.5 % voire 6 % du poids frais du matériel végétal. Tandis que dans nos résultats mentionnés sur le tableau IV.1, le rendement en pectine varie de 4.36% à 94 %. Donc seules les valeurs allant de 4.36 % à 5.66 citées dans le tableau IV.2, qui vont être prises en considération lors de l'analyse des paramètres fondamentaux (ph, température, temps et vitesse d'agitation) sur l'extraction de la pectine.

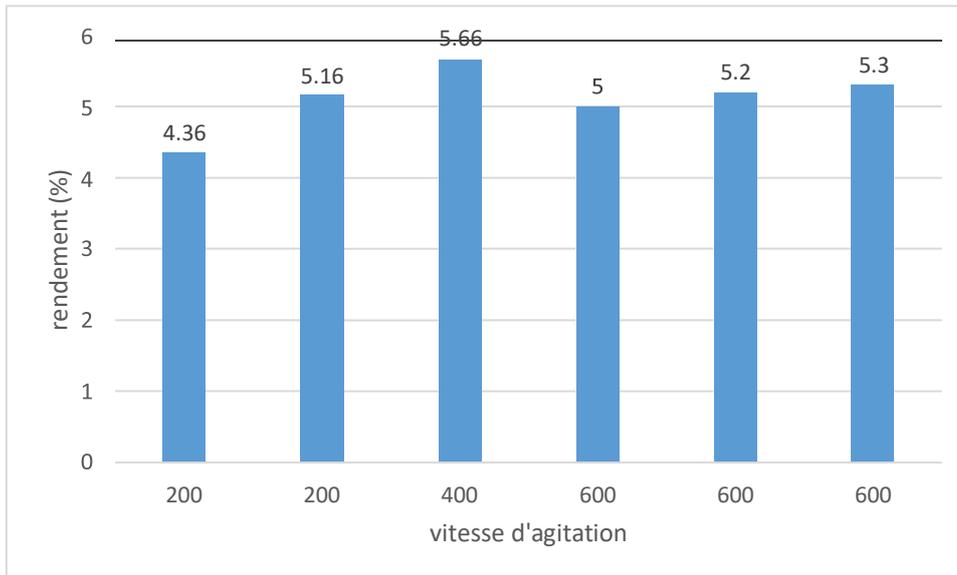
**Tableau IV.2** : les rendements de pectine allant de 4.36 à 5.66 %.

<b>Expériences</b>	<b>Rendement (%)</b>
1	5.16
2	4.36
3	5
4	5.3
5	5.2
6	5.66

### IV.2.1. Effet des paramètres fondamentaux sur le rendement de la pectine :

#### IV.2.1.1 Effet de la vitesse d'agitation :

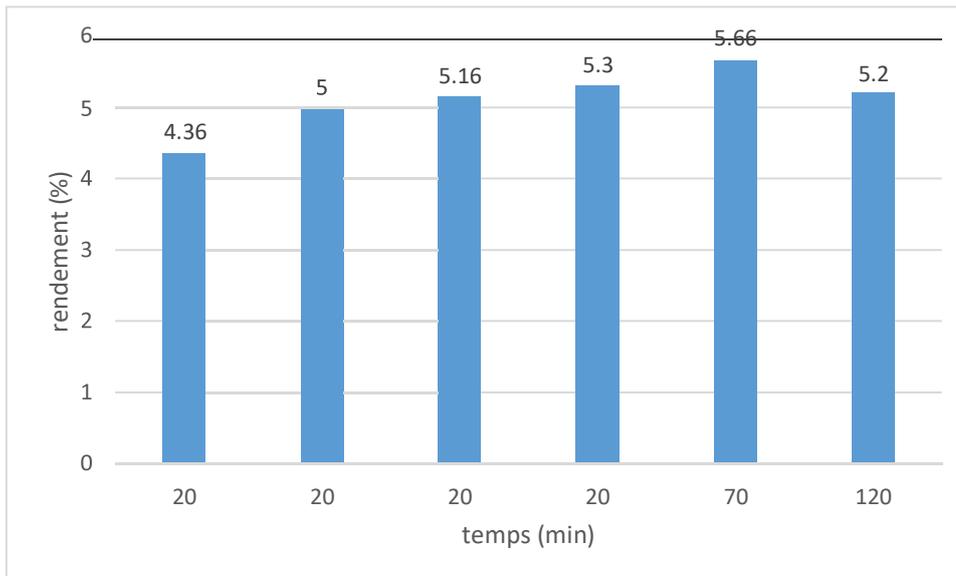
L'histogramme de l'effet de la vitesse d'agitation sur le rendement de la pectine est illustré ci-dessous (Figure IV.1) :



**Figure IV.1:** Effet de la vitesse d'agitation sur le rendement de la pectine

- D'après la figure IV.1, nous remarquons que le rendement le plus élevé a été enregistré à une vitesse de 400 tr/min ou la valeur en de pectine sèche a atteint 5.66%. Ensuite vient la valeur de 5.3% qui a été enregistrée à une vitesse de 600 tr/ min. Par contre pour la vitesse de 200 tr/ min le rendement était à 4.36% qui est la valeur la moins élevée.
  - Donc on déduit que la vitesse d'agitation peut favoriser l'extraction efficace de la pectine, car une agitation vigoureuse peut aider à désintégrer la matrice cellulaire de l'écorce de citron, facilitant ainsi la libération de la pectine, comme ça permet une meilleure diffusion de la poudre d'écorce de citron dans le solvant d'extraction, ce qui peut entraîner une extraction plus rapide et plus complète de cette substance.
- **IV.2.1.2 Effet du temps d'extraction :**

La figure IV.2 représente l'histogramme de l'effet du temps d'extraction sur le rendement de la pectine.

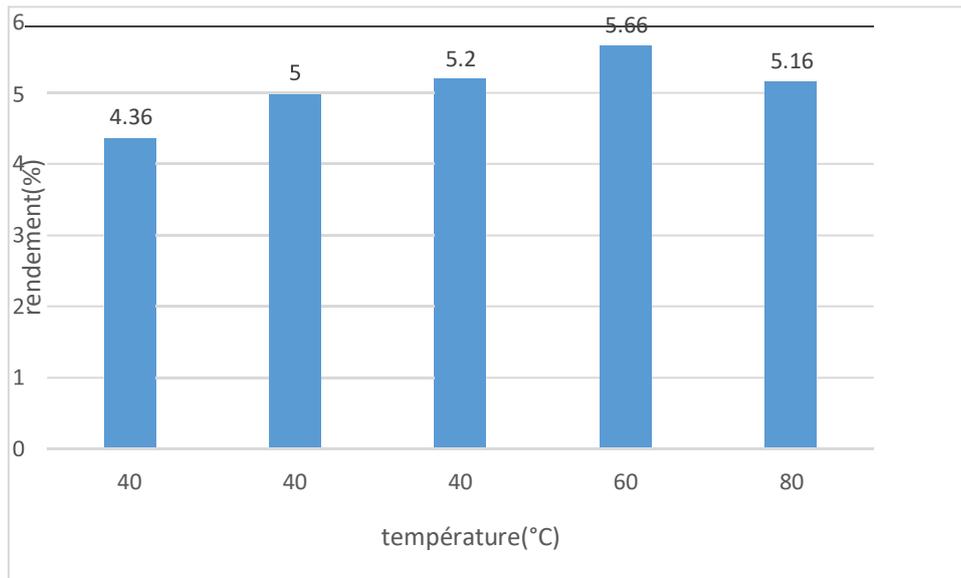


**Figure IV.2 :** Effet du temps d'extraction sur le rendement de la pectine

- En tenant compte des résultats rapportés dans la figure IV.2, on remarque que la plus grande valeur qui est 5.66% a été enregistrée durant l'expérience qui a duré 70 min, ensuite vient la valeur de 5.3% qui a été enregistrée à 20 min. Pour la durée de 120 min le rendement a été à 5.2%.
- De ce fait, on comprend que le temps d'agitation est un paramètre fondamental pour l'extraction de la pectine mais n'empêche qu'il ne faut pas l'augmenter car à chaque fois que ce dernier augmente le rendement devient moins conséquent. Cela risque même de dégrader la structure de la pectine obtenue.

▪ **IV.2.1.3 Effet de la température :**

L'histogramme de l'effet de la température sur le rendement de la pectine est illustré ci-dessous (Figure IV.3).

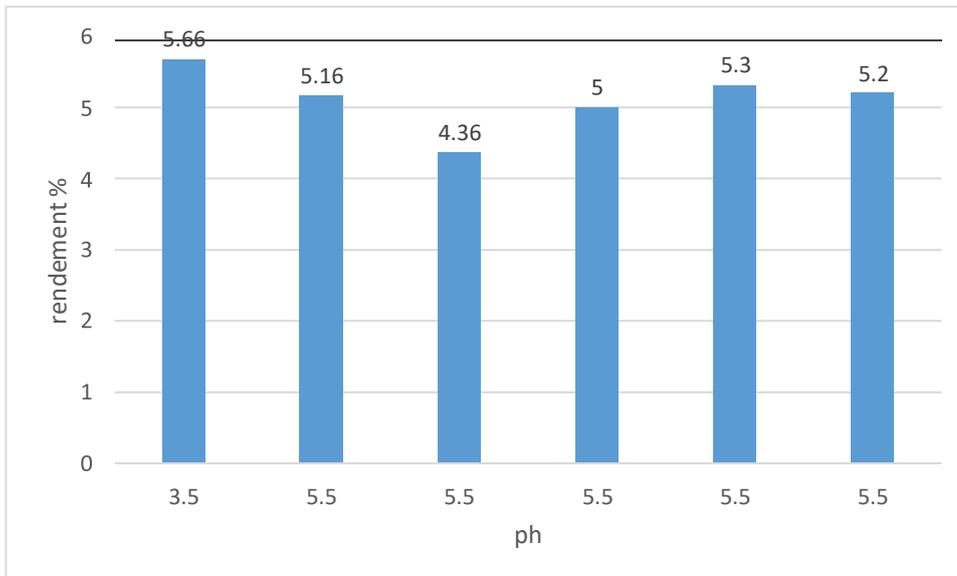


**Figure IV.3 :** Effet de la température sur le rendement de la pectine

- Selon la figure IV.3, le rendement le plus conséquent revient à la température de 60 °C. par contre pour les deux autres températures 40°C et 80°C, leurs valeurs varie de 4.36 à 5.3%.
- On constate alors que la température a un effet positif sur l'extraction de la pectine et joue un rôle crucial dans la libération de la pectine des tissus végétaux.
- Cependant, il convient de noter que des températures trop élevées peuvent entraîner la dénaturation de la pectine et la perte de ses propriétés gélifiantes, car c'est une substance thermosensible.

▪ **IV.2.1.4 Effet du ph :**

La figure IV.4 représente l'histogramme de l'effet du temps d'extraction sur le rendement de la pectine.



**Figure IV.4 :** Effet du ph sur le rendement de la pectine

- D'après la figure IV.4, la plus grande valeur qui est 5.66% a été enregistrée à un ph acide 3.5, par contre à ph 5.5 les valeurs sont toutes inférieures à 5.3%.
- On remarque que plus le ph est acide plus il influence positivement sur le rendement de la pectine car il joue un rôle crucial dans l'extraction de la pectine, influençant la solubilité, l'activation enzymatique et la précipitation de la pectine.

Les résultats des études précédentes (**Moussaoui et Tsouri, 2021**), (**Kanmani, 2014**), ont montré que l'extraction de la pectine a été favorisée en milieu acide à ph allant de 1.5 à 3.5, température 65°C et pour un temps d'agitation de 67.5 min.

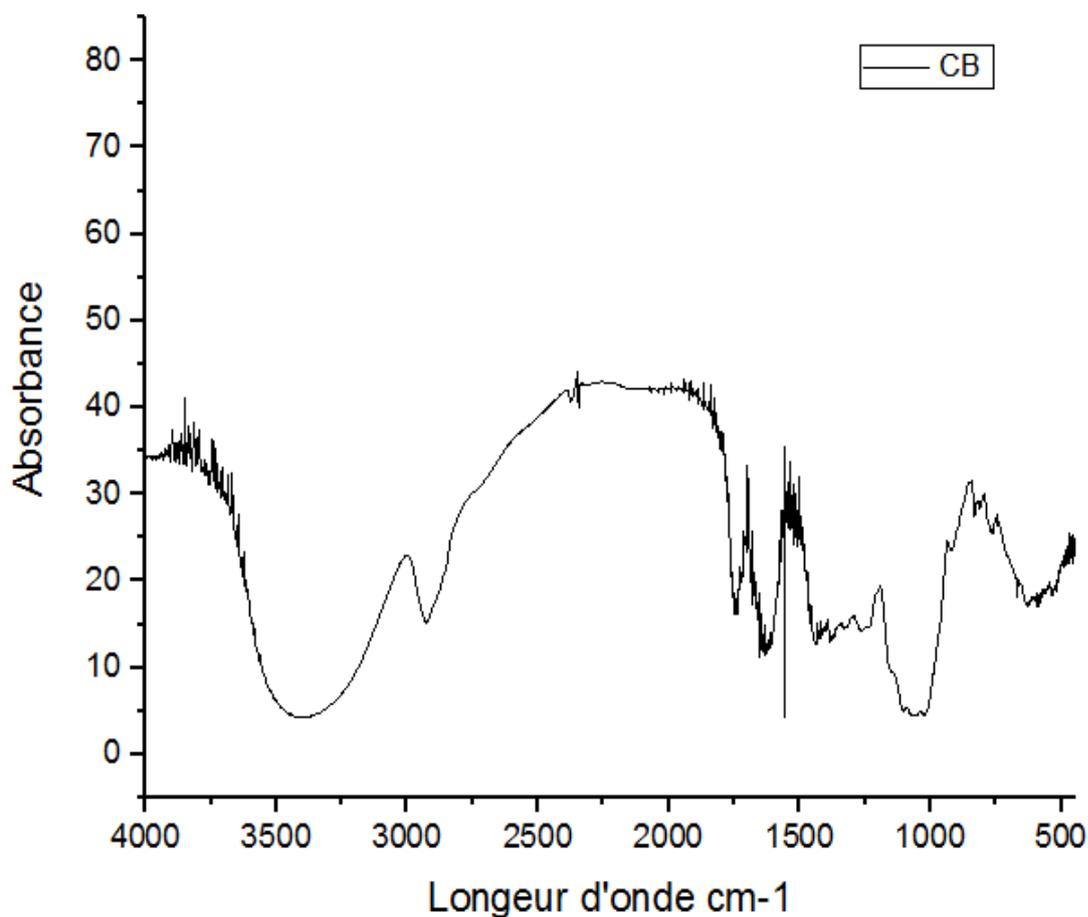
### IV.3 Spectroscopie Infrarouge de Fourier :

Les analyses infrarouges constituent un atout majeur pour la détermination de la nature des fibres végétales. Les spectres d'absorption dans l'infrarouge vont nous permettre de repérer les groupements fonctionnels présents dans la poudre d'écorce de citron et d'accéder aux informations relatives à la présence de la pectine dans cette fibre.

**IV.3.1. Caractérisation par infrarouge IRTF de la poudre d'écorce de citron CB :**

Les différents spectres IR obtenus pour l'échantillon analysé sont présentés en (Figure V.5). Plusieurs bandes d'absorption caractéristiques des composés présents dans la poudre d'écorce de citron (alcools, alcanes, esters, acides carboxylique...) sont observées.

Les attributions des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres IRTF de la fibre sont énumérées dans le tableau IV.3



**Figure IV.5 :** Spectre IR de la poudre d'écorce de citron de Boufarik

**Tableau IV.3** : Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant les constituants de l'écorce de citron CB

Nombre d'onde (cm-1)	Groupement	Type de formation
3 676.8-3640.7	Alcools, phénols OH	Large bande
3007.48	Alcène C=C	Valence
2814.93	Alcane C-H	Valence
1740.81	Ester C=O	valence
1696.37	Acide carboxylique O-H	valence
1506.9-1448.61	Composés aromatiques	Large bande
1200.85	Amine C-N	Valence

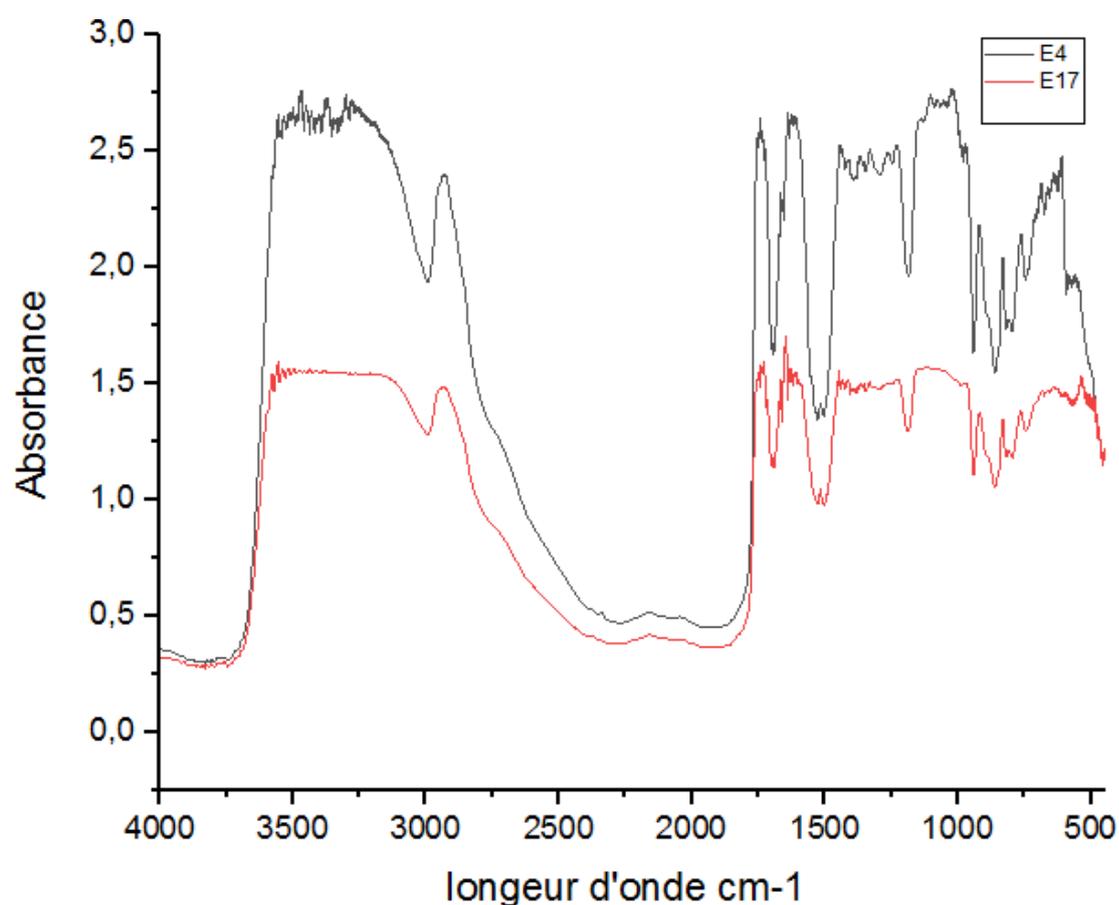
La figure IV.5 et le tableau IV.3, montrent les spectres IRTF obtenus lors de l'analyse de la poudre d'écorce de citron.

- Une large bande d'absorption observée à 3676.8 – 3640.7 cm-1 est liée aux vibrations d'étirements des groupes hydroxyle –OH impliquée dans la fibre végétale.
- Un pic aux environs de 3007.48 cm-1 (alcène C=C) et un autre à 2814.93 cm-1 (alcane C-H) qui sont assignés à la vibration d'élongation des liaisons aliphatiques dans les C-H contenus dans les composés organiques de la fibre.
- Un pic situé à 1740.81 cm-1 qui représente les esters, tandis qu'un autre pic 1696.37 cm-1 correspondant aux acides carboxyliques C=O présents dans l'écorce de citron tels que l'acide citrique, l'acide malique et l'acide ascorbique.
- Une large bande de 1506.9 à 1448.61 cm-1 est liée aux composés aromatiques C=C contenue dans la structure du limonène qui est un composé aromatique abondant dans l'écorce de citron.
- Un dernier pic observé à 1200.85, qui revient aux amines présents dans la fibre.

**IV.3. 2 Caractérisation par infrarouge IRTF de la pectine :**

Une étude spectroscopique a été faite pour deux échantillons de pectine sèche à deux pH différents (3.5 et 5.5), leurs deux spectres sont présentés dans la figure IV.6.

Les composés fonctionnels caractérisant les bandes d'absorption des deux échantillons de pectine sèche (film) sont illustrés dans le tableau IV.4.



**Figure IV.6 :** Les spectres IR de deux échantillons (E4 et E17) de pectine sèche.

**Tableau IV.4:** Bandes d'adsorption des groupements fonctionnels caractérisant la pectine des deux essais.

<b>Nombre d'onde (cm-1)</b>	<b>Groupe ment</b>	<b>Type de formation</b>
3572.06 - 3138.89	Alcools, phénols OH	Large bande
3002.62	Alcène C=C	Valence
2812.8	Alcane C-H	Valence
1732.81	Ester C=O	valence
1691.51	Acide carboxylique O-H	valence
1497.19 -1557.92	Composés aromatiques	Large bande
1290.72	Amine C-N	Valence
1188.71	Alkyle C-R	Valence

Nous remarquons que les spectres infrarouges, de la pectine à ph 3.5 et à ph 5.5, présentent presque les mêmes bandes d'absorption, selon la figure IV.6 et qui ont été présentés par la suite dans le tableau ci-dessus.

- Une large bande observée de 3572.06 à 3138.89 cm-1 qui présente des vibrations d'élongations des groupements -OH d'alcool (phénols).
- Deux pics situés à 3002.62 et à 2812.8 cm-1 qui correspondent respectivement aux vibrations d'élongations des alcènes C=C et alcanes C-H.
- Un pic observé à 1732.81 cm-1 attribué aux esters, tandis que la bande d'absorption à 1691.51 cm-1 est attribuée aux vibrations d'élongations des groupements C=O des acides carboxyliques qui revient à l'acide galacturonique présent dans la pectine.
- Une autre bande de 1497.19 à 1557.92 cm-1 est attribuée aux composés aromatiques contenus dans la pectine.
- Deux derniers pics observés à 1290.72 cm-1 et à 1188.71 cm-1, qui reviennent respectivement aux amines C-N et alkyles présents dans la pectine.

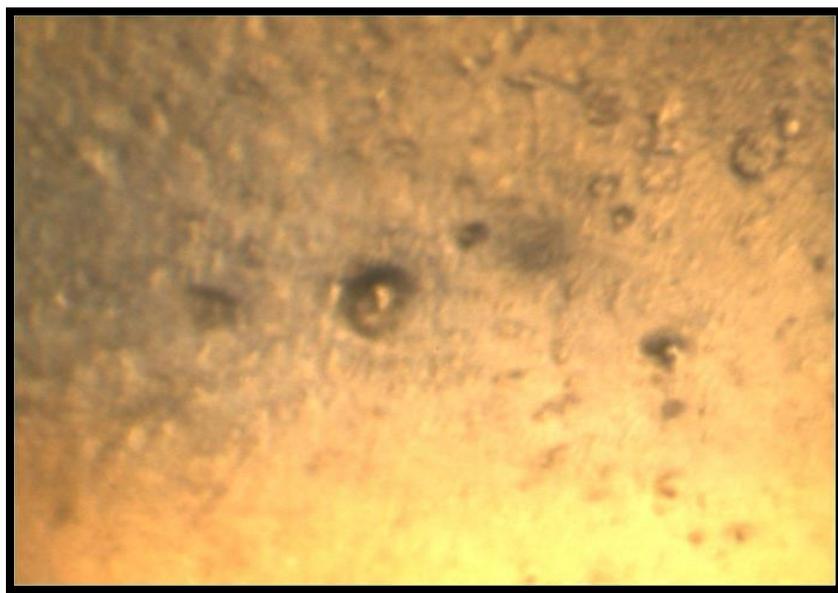
La similarité des groupes fonctionnels apparaissant sur nos spectres FTIR de la pectine extraite avec ceux rapportés par différents auteurs (**Kebaili, 2019**) et (**Kanmani, 2014**) confirme la nature de notre produit extrait à partir des écorces de citron qui est la pectine.

### IV.4. Analyse microscopique de la pectine :

#### ▪ IV.4.1 Couleur :

La pectine obtenue est de couleur jaunâtre avant le séchage et même après, tandis que la couleur habituelle de la pectine industrielle est de couleur blanche. (**Kanmani, 2014**)

Cela revient à l'origine de la pectine : qui dans cette étude est la poudre d'écorce de citron (le mésocarpe qui est blanc et l'épicarpe qui est jaune) ou même ça peut être due à des impuretés qui n'ont pas été éliminées pendant l'opération de purification. Cela donne une explication aux rendements d'extraction anormalement élevés.



**Figure IV.7 :** Pectine sous microscope IR à ph 3.5

#### IV.4.2 Texture de la pectine :

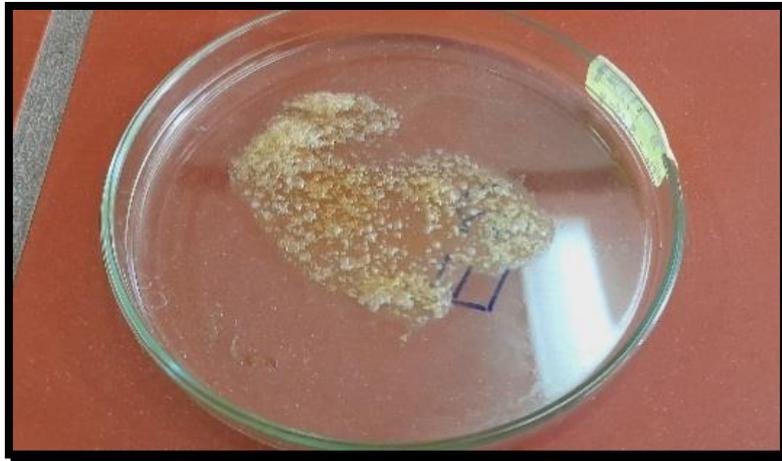
La texture de la pectine change de manière significative avant et après le séchage car elle dépend de plusieurs facteurs, tels que la concentration de pectine, le pH, la température lors de sa formation.

Avant le séchage, la pectine est généralement présente sous forme de gel visqueux, avec une texture légèrement collante au toucher.

Par contre après le séchage elle est d'une texture un peu élastique (film) même après un séchage total qui a duré plus d'une dizaine de jours. Cela revient effectivement à sa nature qui est un polymère.



**Figure IV.8** : pectine avant séchage (sous forme de gel)



**Figure IV.9** : pectine après séchage

### **Bibliographie :**

- Combo Agnan Marie Michel, Aguedo Mario, Paquot Michel ; 2011 ; Les Oligosaccharides Pectiques, Production Et Applications Possibles, Biotechnol. Agron. Soc. Environ (1), 153-164
- P. Kanmani, E. Dhivya, J. Aravind and K. Kumaresan, 2014. Extraction and Analysis of Pectin from Citrus Peels: Augmenting The Yield from Citrus Limon Using Statistical Experimental Design. Iranica Journal Of Energy And Environment, 5 (3) : 303-312
- Kbaili Maya, 2019. These : Valorisation Des Dechets Verts Et De Biomasses En Traitement Des Eaux. Universite Akli Mohand Oulhadj – Bouira.
- Rodsamran, P., Sothornvit, R., 2018. Microwave Heating Extraction of Pectin from Lime Peel: Characterization and Properties Compared with The Conventional Heating Method, Food Chemistry
- Moussaoui Asma et Tsouri Ben soumia, 2021. Mémoire. Optimisation de l'extraction de pectine à partir des écorces d'orange. Université Saad dahlab de Blida.

# Conclusion

Le principal objectif de l'étude que nous avons menée ici, est la valorisation des sous-produits d'agrumes qui sont une source importante de composés nutritionnels et fonctionnels. Parmi ces derniers on trouve les pectines qui sont des substances utilisées comme agents d'émulsification, de stabilisation et de gélification dans plusieurs produits alimentaires comme les confitures, les gelées, les produits laitiers...

L'extraction des pectines à partir d'écorces de citron, est un processus de plusieurs étapes impliquant l'extraction, la précipitation, la coagulation, la purification et le séchage. Pour optimiser l'opération d'extraction des pectines à partir des écorces de citron, nous avons étudié l'effet de quatre principaux paramètres : le pH, la température, le temps et la vitesse d'agitation.

D'après les résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

- L'extraction de la pectine est favorable pour toutes les valeurs des quatre paramètres étudiés. Cependant les valeurs optimales sont : un pH allant de 1.5 à 3.5, une vitesse d'agitation de 400 tr/ min, une température de 65°C et un temps d'extraction de 70 min. Ces conditions sont comparables à celles trouvées dans la littérature.
- Concernant la caractérisation infrarouge de la pectine sèche (film), les spectres obtenus sont semblables à ceux rapportés par les autres chercheurs ce qui confirme la nature de notre produit extrait à partir des écorces de citron qui est la pectine.

Les résultats de l'étude montrent que l'extraction de la pectine à partir des écorces de citron est réalisable, avec des rendements variables en fonction des conditions de traitement. Les écorces de citron se révèlent être une source intéressante de pectine naturelle et qui peut remplacer les pectines synthétiques nuisibles à la santé.

### Les perspectives :

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

- ❖ Des opérations de purification plus poussées pour s'assurer de la qualité des pectines extraites.
- ❖ L'utilisation d'autres méthodes d'extraction de la pectine pour une meilleure qualité et rendement en pectine.
- ❖ Des caractérisations avec d'autres méthodes d'analyse plus précises comme la chromatographie.
- ❖ L'exploration d'autre espèce de citron et sur d'autres types d'agrumes et de fruits.

Nous pouvons aussi faire quelques recommandations :

- ❖ Il faut investir dans des projets pour le recyclage des écorces d'agrumes.
- ❖ Utiliser des écorces de citron comme source de pectine naturelle dans les industries alimentaires afin d'éviter l'utilisation des émulsifiants et gélifiants synthétiques

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

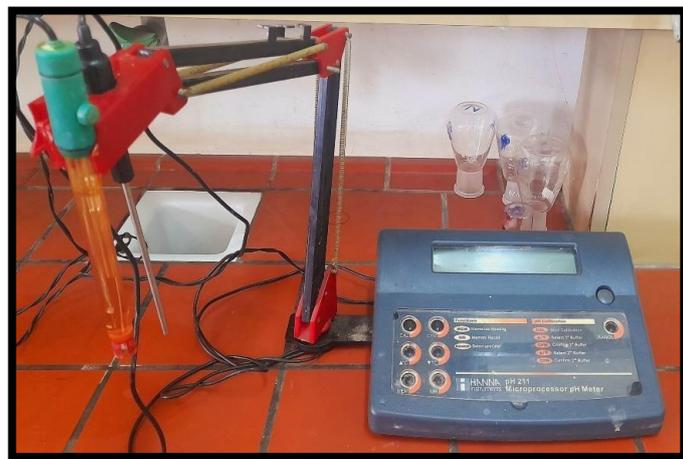
**Matériels utilisés :**



**Figure III.2:** Agitateur avec plaque chauffante *AREC.X*



**Figure III.3 :** Centrifugeuse *HETTICH EBA III*.



**Figure III.4:** Ph mètre *HANNA PH211*



**Figure III.11 : Compresseur**

## **Résumé :**

Ce travail vise la valorisation des déchets d'agrumes dans l'industrie alimentaire. Ces sous-produits peuvent constituer une source de matières premières pour l'extraction de biomolécules telles que les huiles essentielles, les composés phénoliques, les flavonoïdes et polysaccharides comme les pectines, qui sont des substances utilisées comme agents d'émulsification, de stabilisation et de gélification dans plusieurs produits alimentaires à savoir les confitures, les gelées, les produits laitiers...

Nous avons donc, procédé à une extraction de pectine à partir des écorces de citron de la région de Boufarik, tout en variant plusieurs paramètres fondamentaux comme le pH, la température, le temps et la vitesse d'agitation. Les résultats obtenus ont montré que ces quatre paramètres ont une influence directe sur le rendement d'extraction de cette biomolécule. Nous pouvons conclure que ces déchets constituent une source non négligeable de pectine, ce qui fait d'elle une ressource alternative pour les industries alimentaires.

## **Abstract:**

This work aims at the recovery of citrus waste in the food industry. These by-products can constitute a source of raw materials for the extraction of biomolecules such as essential oils, phenolic compounds, flavonoids and polysaccharides such as pectins, which are substances used as emulsifying, stabilizing and gelation in several food products, namely jams, jellies, dairy products, etc.

We therefore proceeded to an extraction of pectin from the lemon peels of the Boufarik region, while varying several fundamental parameters such as pH, temperature, time and stirring speed. The results obtained showed that these four parameters have a direct influence on the extraction yield of this biomolecule. We can conclude that this waste is a significant source of pectin, which makes it an alternative resource for food industries.

**Mots clés :** Pectine, polysaccharide, écorce de citron, bio polymère, extraction, valorisation, Boufarik, industrie, alimentaire...

