

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

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Production et transformation laitier



Réf:.....

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

MASTER

Thème

Extraction de différents polymères à partir de deux matrices végétales et leur incorporation dans une Boisson Lacté

.

Présenté par :
ABIDI ZAHRA & MEZHOUD LILIA
Soutenu le : **08/07/2024**

Devant le jury composé de :

Mme BRAHMI.N	MCA	Présidente
Mme MEKHOUKHE.A	MCA	Promotrice
Mme BENMERAD.C	MCA	Examinatrice

Année universitaire : 2023/ 2024

Remerciement

Tout d'abord, nous exprimons notre profonde gratitude envers Dieu le Tout-Puissant, qui nous a accordé la santé, le courage et la patience nécessaires pour achever ce travail.

Nous tenons à remercier notre promotrice, **Mlle Mekhoukhe A.**, pour l'honneur qu'elle nous a fait en nous encadrant. Ses précieux conseils, orientations, disponibilité, soutien moral et financier, ainsi que la confiance qu'elle nous a accordée resteront gravés dans notre mémoire.

Un grand merci à **Mme Ait Abasse. Y.**, pour son soutien, son aide, ses conseils et sa disponibilité tout au long de notre travail pratique.

Nos remerciements vont également aux membres du jury : **Mme Brahmi. N.**, pour avoir accepté de présider le jury, et **Mme Benmerad. C.**, pour l'honneur qu'elle nous a fait en examinant ce document.

Nos remerciements les plus sincères et les plus profonds sont adressés à **Mr F. BERKATI (PDG)** de l'entreprise **Tchin-Lait/Candia** de nous avoir ouvert les portes de son entreprise et d'avoir mis à notre disposition les moyens nécessaires pour la réalisation de nos études.

Nous souhaitons exprimer notre profonde reconnaissance à **Mme Ferhat K.**, directrice R&D, pour son aide, ses conseils, son accueil chaleureux, sa bienveillance et tous ses efforts pour contribuer à la réalisation de ce travail.

Nous remercions également tout le personnel du laboratoire "Technologie Alimentaire" et "3BS" pour leur collaboration précieuse et leur soutien inestimable.

Nous tenons également à remercier toute l'équipe de R&D de Candia pour leur aide, leur esprit d'équipe et leur soutien.

Notre gratitude va à tous les enseignants qui nous ont accompagnés tout au long de notre formation.

Enfin, nous remercions vivement nos chers camarades pour leur soutien et leur grande serviabilité.

Merci à toutes les personnes ayant contribué à l'avancement de ce travail.

Dédicace

Du profond de mon cœur et avec tous mes sentiments de respect, avec l'expérience de ma reconnaissance, je dédie ma remise de diplôme et ma joie à tous ceux qui me sont chers :

A mon très cher papa Monsieur « Abdel Karim », chaque mot semble bien fade pour exprimer l'amour profond et la gratitude infinie que j'ai pour toi, pour les innombrables sacrifices que tu as consentis pour mon éducation je vous remercie pour tous le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

A ma très chère maman Madame « Nadia », honorable et aimable vous m'avez donnée la vie, la tendresse l'amour ... merci d'avoir fait de moi la femme que je suis aujourd'hui merci d'être là dans les moments les plus délicat de ma vie merci de m'avoir écouté, conseiller merci pour vos prières. Tous ce que je peux vous offrir ne pourra pas exprimer pleinement l'amour et la reconnaissance que je vous porte vous êtes pour moi la lumière qui ma guidée vers le chemin de la réussite je vous aime.

A ma très chère frangine Melle « Rimane » tout d'abord je tien a vous souhaitée le bon courage pour votre soutenance cette année que de la réussite ; merci pour votre aide votre encouragement merci d'être la sœur et la copine votre présence a était précieuse à chaque étape de ma vie que dieu vous protège et vous offre la chance et le courage.

A monsieur « Y.N » Je vous dédie ce travail en témoignage de mon affection et de ma reconnaissance. Votre soutien indéfectible et votre amour ont été ma force motrice. Merci d'avoir été là à chaque instant, de m'avoir encouragé et de m'avoir soutenu pour donner le meilleur de moi-même pendant toutes ces années.

A ma chère copine Melle « Sandra » ton amitié inestimable à illuminer ma vie merci d'être toujours là depuis toutes ces années, je vous souhaite que le bien que le beau dans votre vie.

Pour mes très chères cousines « Mina, Wisseme, Ikram » vous était une sources constante de joie et de bonheur chaque moment passé avec vous est un trésor dont je suis reconnaissante à mes petits bouts de sucre « Ali, Celine, Nessrine, Ayoub, Ghiles, Ilyes, Rana, Kenzy » je vous souhaite la réussite dans vos études ,

A ma grand-mère « Louisa » et mes deux tantes « F,T » mes oncles et mes tatas DIEU vous préserve, a toutes la famille « ABIDI » .

A ma binôme Melle lilia notre collaboration été un pilier essentiel de ce travail je te souhaite bonne chance.

A toute la section master 2 production et transformation laitière.

Mlle Zahra Abidi.

Dédicace

***Que ce travail soit le témoignage sincère de mon profond respect
qui m'ont inspiré et guidé, avec toute ma profonde gratitude.***

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur,
celui qui s'est toujours sacrifié pour ma réussite, que dieu te garde près de moi.*

À toi PAPA MEZHOUD MEBROUK.

*À la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon
bonheur, que Dieu te garde près de moi.*

À toi, MAMAN MEZHOUD SALIHA .

À mes chers petits frères, HANI et YOUNES,

*Votre soutien inconditionnel et vos encouragements constants sont pour moi une source
d'inspiration précieuse. Vous occupez une place irremplaçable dans mon cœur. C'est avec une
profonde gratitude que je vous dédie ce travail, en vous souhaitant un avenir lumineux, rempli
de bonheur et de réussite.*

Avec tout mon amour

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance envers ma chère tante FOUZIA et son époux,
tonton MOHEND , pour leur soutien inestimable et leur présence précieuse dans les moments
cruciaux de ma vie.*

*Je ne saurais oublier de mentionner ma tante bien-aimée, HASSIBA, dont le soutien
indéfectible a illuminé les moments difficiles de ma vie.*

*À mes deux cousins, MEZHOUD FAWZI et sa sœur, MEZHOUD SAMIA , qui m'ont
apporté leur aide précieuse*

Je remercie ma binôme Zahra pour toute la patience qu'elle a eu avec moi

*Pour conclure, je souhaite dédier ce travail à tous les membres de ma famille, ainsi qu'à mes
oncles, cousins, cousines et amis.*

Mlle Lilia Mezhoud.

Table de matières

Liste des abréviations	
Listes des figures	
Listes des figures	
Liste des tableaux	
Introduction.....	1

I. Partie Bibliographique Gomme de caroube

I.1 Généralités	3
I.1.1 Origine et Etymologie.....	3
I.1.2. Description du fruit.....	4
I.1.2.1 Pulpe.....	4
I.1.2.2 Graine.....	4
I.1.3 Composition chimique de la caroube.....	5
I.1.4 Répartition Géographique.....	5
I.1.5. Production de Caroube.....	6
I.1.5.1 Production Mondiale.....	6
I.1.5.2 Production Nationale.....	7
I.1.6 Utilisation de Caroubier.....	7

Pectine d'écorces d'oranges

I.2 Généralités sur la pectine.....	8
I.2.1 Origine et Structure.....	8
I.2.2 Source de pectine.....	9
I.2.3 Méthode d'extraction.....	9
I.2.4 Propriétés de pectine.....	11
I.2.5 Applications.....	11

Jus lacté

I.3Boisson lactée.....	12
I.3.1Définition de la boisson lactée.....	12

I.3.2 Composition nutritionnelle de boisson lactée.....	12
I.3.3 Ingrédients ajoutées.....	12
I.3.4 Etape de fabrication de boisson lactée à l'échelle industrielle.....	12

II. Partie pratique
Matériel et méthodes

II.1 Plan du travail.....	13
II.2 Préparation de matière végétale.....	13
II.2.1 Pectine.....	13
II.2.1.1 Optimisation des conditions de l'extraction de la pectine.....	14
II.2.1.1.1 Extraction de la pectine.....	14
II.2.1.1.2 Méthodologie de surface de réponse.....	16
II.2.2 Caroube.....	17
II.2.2.1 Extraction de la Gomme de caroube.....	18
II.2.2.2 Purification de la Gomme de caroube.....	19
II.3 Caractérisation physico-chimique de la Gomme de caroube et de la pectine.....	20
II.3.1 Test d'humidité.....	20
II.3.2 Détermination du pH.....	21
II.3.3 Détermination du degré Brix.....	21
II.3.4 Détermination de la teneur en sucre totaux.....	21
II.3.5 Détermination des protéines.....	22
II.3.6 Dosage des lipides.....	22
II.3.7 Dosage des cendres.....	23
II.4 Analyse phyto-chimique.....	23
II.4.1 Dosage des polyphénols totaux.....	23
II.5 Evaluation de l'activité anti-oxydante.....	24
II.5.1 Test piégeage du radical DPPH.....	24
II.5.2 Pouvoir réducteur.....	25
II.6 Evaluation de la cytotoxicité.....	25
II.7 Essai d'incorporation de la gomme et de la pectine dans une boisson lactée.....	26
II.7.1 Préparation des échantillons de la boisson lactée.....	26
II.7.2 Contrôle de la stabilité de la viscosité de la pectine et de la gomme.....	26
II.7.3 Composants impliqués.....	26

II.7.4 Formulation de la boisson lactée.....	27
II.7.5 Détermination de certains paramètres physico-chimiques.....	28
II.7.5.1 Détermination du pH.....	28
II.7.5.2 Détermination de l'acidité titrable.....	28
II.7.5.3 Détermination du degré Brix.....	28
II.7.5.4 Détermination de la densité.....	29
II.7.5.5 Contrôle des caractéristiques rhéologiques.....	29
II.7.5.5.1 Détermination de la viscosité.....	29
II.8 Evaluation sensorielle.....	29
II.9 Analyse statistique.....	30

III. Résultats et discussions

III.1 Optimisation de l'extraction de la pectine.....	32
III.1.1 Etude préliminaire.....	32
III.1.2 Optimisation par la méthodologie de surface de réponse.....	34
III.1.3 Validation du model.....	39
III.2 Analyse physico-chimique.....	39
III.2.1 Détermination des caractéristiques physiques.....	39
III.2.1.1 pH.....	39
III.2.1.2 Taux de Brix.....	40
III.2.2. Détermination des caractéristiques chimiques.....	40
III.2.2.1 Détermination du taux d'humidité.....	41
III.2.2.2 Détermination de la teneur en cendres.....	41
III.2.3 Détermination de la teneur en sucre totaux.....	42
III.2.4. Détermination des lipides.....	42
III.2.5. Détermination des protéines.....	43
III.3 Analyse phyto-chimique.....	43
III.3.1 Détermination des polyphénols.....	43
III.4. Evaluation de l'activité anti-oxydante.....	44
III.4.1. Test piégeage du radical DPPH.....	44
III.4.2. Pouvoir réducteur.....	45
III.5 Evaluation de la cytotoxicité.....	45
III.6 Analyse rhéologique.....	46

III.6.1 Analyse de la stabilité de viscosité.....	46
III.7 Valorisation de la gomme de caroube et de la pectine des écorces d'orange.....	47
III.7.1 Analyses physico-chimiques et rhéologiques de boissons lactées.....	48
III.7.2 Analyse sensorielle.....	50
Conclusion.....	58
Référence bibliographique	
Annexes	
Résumé	

Liste des abréviations

- **AOAC** : Association of Official Analysis Chemistry
- **AFNOR** : Association Française de Normalisation
- **BX** : Taux de Brix
- **CP** : Centipoise
- **E** : Echantillon
- **GC** : Gomme de Caroube
- **GCB** : Gomme de Caroube brute
- **GCP** : Gomme de Caroube Purifiée
- **GR** : Globule Rouge
- **H%** : Humidité
- **LBG** : Locust Bean Gum
- **MS** : Matière Sèche
- **ISO** : International Organisation for Standardization
- **RPM** : Rotation par Minute
- **UHT** : Ultra Haute Température
- **RSM** : réponse méthodologie de surface
- **BSA** : sérum albumine bovine
- **CCD** : plans centrale composite
- **SD** : différences significatif
- **EAG** : équivalent acide gallique
- **MS** : matière sèche

Liste des figures

Figure 1 : Fruits du caroubier.....	3
Figure 2 : Coupe transversale de la gousse.....	4
Figure 3 : Coupe transversale d'une graine de caroube.....	4
Figure 4 : Distribution du caroubier dans le monde.....	5
Figure 5 : Carte géographique de la distribution de caroubier en Algérie.....	6
Figure 6 : Principaux pays producteurs de caroube dans le monde au cours de la dernière décennie (2012-2021).....	7
Figure 7 : Paroi primaire des plantes.....	8
Figure 8 : Structure chimique de la pectine.....	9
Figure 9 : Principales techniques d'extraction de la pectine.....	10
Figure 10 : Localisation de la Zone d'étude	13
Figure 11 : A) Oranges B) Ecorces d'orange à l'état brute.....	14
Figure 12 : Principales étapes d'extraction de pectine à partir des écorces d'orange.....	15
Figure 13 : Localisation de la zone d'étude.....	17
Figure 14 : (a) Gousse ; (b) Pulpe ; (c) Graines.....	18
Figure 15 : Constituants de la graine.....	18
Figure 16 : Principales étapes d'extraction de la gomme.....	19
Figure 17 : Différentes étapes de purification de la gomme de caroube	20
Figure 18 : Mécanisme de neutralisation du radical DPPH par un antioxydant.....	24
Figure 19 : Échantillons de boisson lactées formulés	27
Figure 20 : Surfaces de Réponses tridimensionnelles (3D).....	38
Figure 21 : Valeurs de ph (gomme et pectine).....	39
Figure 22 : Valeurs de degré Brix (gomme et pectine).....	40
Figure 23 :Teneur en polyphénols de la pectine et la gomme.....	43

Figure 24 : Activité antioxydante DPPH de la gomme et la pectine.....	44
Figure 25 : Pouvoir réducteur de l'extrait de pectine et de gomme.....	45
Figure 26 : Activité cytotoxique de la gomme et de la pectine.....	46
Figure 27 : Suivi de la viscosité en fonction du temps.....	47
Figure 28 : Pouvoir discriminant par descripteur.....	51
Figure 29 : Coefficients des modèles des échantillons de boissons lactées.....	52
Figure 30 : Corrélations entre les variables et les facteurs.....	55
Figure 31 : Profil des classes.....	56
Figure 32 : Courbe de niveau et carte des préférences.....	57

Liste de tableaux

Tableau I : Conditions d'extraction utilisées dans l'étude préliminaire de l'extraction de la pectine à partir des écorces d'oranges	16
Tableau II : Niveaux des variables choisies pour les essais de l'extraction	16
Tableau III : Composition des échantillons de jus lactés préparés	27
Tableau IV : Résultats des tests préliminaires	32
Tableau V : Plan expériences de CCD avec des valeurs expérimentale et prédites pour Rendement en pectine.....	34
Tableau VI : Valeurs expérimentale et prédites pour Rendement en pectine	35
Tableau VII : Résultats d'ANOVA pour les données expérimentales	36
Tableau VIII : Analyses des propriétés physico- chimique de la gomme et pectine.....	40
Tableau IX : Résultats des analyses physicochimiques et rhéologiques des jus lactés.....	48
Tableau X : Evaluation de plan d'expérience.....	50
Tableau XI : Moyennes ajustées par produit.....	53
Tableau XII : Objets classés par ordre croissant de préférence juges satisfaits.....	56
Tableau XIII : Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet.....	56

Liste de figure en annexes

Les tableaux en annexe

Annexe 1 : Tableau I : Superficie moyenne récoltée, production et rendement des principaux pays producteurs de caroube au cours des dix dernières années

Annexe 2 : Tableau II : Utilisations de la gomme de caroube et ses applications techniques

Annexe 3 : Tableau III : Sources de pectine et leurs processus d'extraction

Annexe 4 : Tableau IV : Différentes application de la pectine

Annexe 5 : Tableau V : Composition proximale et informations nutritionnelles (boisson lacté)

Listes de figure en annexe

Annexe 6 : Figure : Diagramme de fabrication de la boisson lactée à l'échelle industrielle

Annexe 7 : Figure : plan d'extraction de gomme à partir des graines de caroube

Annexe 8 : Figure : Plan d'extraction de pectine à partir des ecorces d'orange

Annexe 9 : présentation de l'entreprise TCHIN lait

Introduction

Alors que le monde continue de progresser vers la modernisation et que la consommation d'aliments transformés augmente à un rythme exponentiel, la demande d'agents texturants et d'additifs naturels a également augmenté en conséquence. Il est de plus en plus courant d'utiliser des agents épaississants dans les produits alimentaires pour modifier leurs propriétés rhéologiques et texturales et améliorer leurs caractéristiques de qualité (Yang *et al.*, 2020).

En raison de leur non-toxicité, de leur grande accessibilité, ainsi que de leurs effets bénéfiques pour la santé, au cours des dernières décennies, de nombreuses recherches ont été orientées vers les polymères naturels en raison de leurs propriétés physico-chimiques utiles, les polysaccharides sont de plus en plus utilisés dans l'industrie alimentaire conférant aux produits alimentaires des attributs texturaux améliorés (Funami *et al.*, 2012 ; Gheysen, *et al.*, 2019, Mukherjee *et al.*, 2023). En outre, certains oligosaccharides auraient également un effet sur la texture des aliments (Guimarães *et al.*, 2020). Bien que les polysaccharides puissent être extraits et isolés de diverses sources naturelles, Au sens strict, le terme « polysaccharides alimentaires » désigne spécifiquement les polysaccharides approuvés pour une utilisation en tant qu'additifs alimentaires. Les polysaccharides alimentaires présentent généralement des propriétés rhéologiques remarquables, telles que des propriétés épaississantes, stabilisantes, gélifiantes et émulsifiantes. Même s'ils sont utilisés à très faible concentration, nombre d'entre eux peuvent avoir un impact significatif sur les propriétés texturales des produits alimentaires. Parmi ces polysaccharides la gomme de caroube, la pectine, xanthane,etc (Goff *et Guo*, 2019).

La gomme de caroube (GC) ou locust bean gum (LBG) est une poudre blanche à crémeuse obtenue à partir de l'endosperme des graines de caroube. Chimiquement c'est un galactomannane qui correspond essentiellement à des polysaccharides hydro colloïdes de haut poids moléculaire. Cette molécule est considérée comme le premier hydrocolloïdes employé comme additif (E410) dans nombreuses applications industrielles (alimentaires et non alimentaires) comme agent épaississant et stabilisant en raison de sa capacité à augmenter la viscosité. (Dakia *et al.*, 2017 ; Mekhoukhe *et al.*, 2020).

Les pectines sont des polysaccharides contenus dans les parois cellulaires des plantes. Sous le terme « pectine », il est possible d'identifier un certain nombre de polymères qui varient en fonction de leurs poids moléculaires, de leurs configurations chimiques et de leur teneur en sucres neutres, car différentes plantes produisent des pectines ayant des propriétés fonctionnelles différentes (Lin-Su *et al.*, 2019).

La pectine peut être obtenue à partir de restes de fruits et de légumes, principalement des écorces d'agrumes ou de pomme. Dans le cas de la pectine extraite des agrumes, en particulier des

oranges, la fiabilité élevée et la valeur économique sont les principaux attraits de la transformation de ces sous-produits. En fait, on estime que près de 60 % du poids de l'orange est traité comme

déchet et la pectine et d'autres composés précieux, tels que les acides organiques, sont inclus dans ce pourcentage (Benassi et *al.*, 2021).

Cette présente étude s'inscrit dans ce contexte qui porte l'essai d'incorporation de la gomme de caroube et de pectine dans une boisson lactée préparée au niveau du complexe CANDIA et de voir leur habilité à améliorer la stabilité de la boisson soit seule ou en mixture la thématique de ce travail le rend original puisqu'il porte sur une recherche totalement innovatrice.

Le travail comprend, un premier volet relatif à une étude bibliographique qui met l'accent sur la gomme de caroube, la pectine et les boissons lactées. Une deuxième partie expose la partie pratique passant en premier lieu par matériel et les méthodes mis en œuvre dans le cadre de ce travail. L'optimisation de l'extraction de la pectine par un plan d'expérience et l'extraction de la gomme de caroub, la formulation de la boisson lactée à base de ces additifs et les différentes analyses effectuées au cours de cette partie. Et par la suite étalés les résultats obtenus et essayer de les discuter et en fin on termine par une conclusion et perspectives.

Partie

Bibliographique

Partie I :

Gomme de caroube

I.1 Généralités

I.1.1 Origine et étymologie

L'origine précise du caroubier reste sujette à débat, avec différentes hypothèses importantes divergeant entre les auteurs. En revanche, il est envisagé que la caroube trouve son origine dans la flore Indo-Malaisienne. Dans le même groupe qu' *Olea*, *Laurus* et *Myrtus* (Zohary, 1973). Vavilov (1951) situe l'origine du caroubier dans la région Est de la méditerranée (Turquie, Syrie et Palestine) Néanmoins, des recherches archéobotaniques, analysant des restes carbonisés de bois et de fruits, ont montré que le caroubier était présent dans la Méditerranée orientale dès le Néolithique (4000 ans av. J.-C.), période initiale de la domestication des espèces ligneuses (Estrada et al., 2006) Cependant suggère qu'il est originaire des pays montagneux du Sud d'Arabie (Yémen) (Schweinfurth 1894). Vu le caractère thermophile de cette espèce et sa présence sur les hauts plateaux du Yémen. (Lipshitz, 1987).

Le nom scientifique du caroubier, *Ceratonia siliqua* (Figure 1), proposé par Linné, combine le mot grec "Keras" signifiant corne et le terme latin "siliqua" pour gousse, en référence à la dureté et à la forme de la gousse de la plante. La dénomination de l'espèce varie selon les pays et les langues, mais elle est généralement inspirée du nom arabe Al kharroub ou kharroub. Par exemple, en espagnol, on utilise les termes "algarrobo" ou "garrofero" (Albanell, 1990).



Figure 2 : Fruits du caroubier (Mekhoukhe, 2018)

I.1.2 Description du fruit

I.1.2.1 Pulpe

La caroube comprend trois parties distinctes : l'épicarpe, ou peau, fibreuse et colorée ; le mésocarpe, ou pulpe, charnu et sucré, représentant 70 % à 95 % du fruit ; et l'endocarpe, également fibreuse, divisant le fruit en segments contenant les graines (Batlle1997 ; Mekhoukhe et *al.*, 2021)

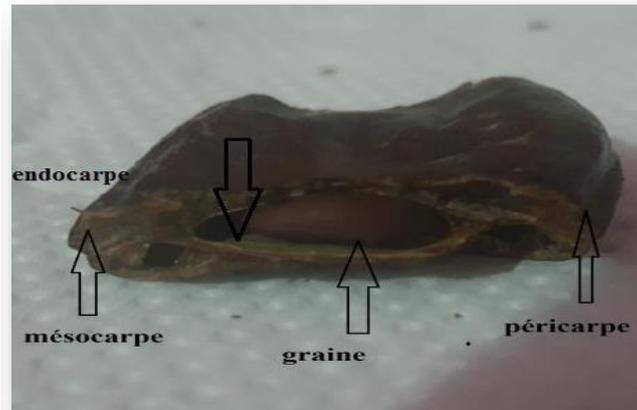


Figure 2 : Coupe transversale de la gousse (Mekhoukhe, 2019)

I.1.2.2. Graine

Constituées de trois éléments ; les téguments, la radicule et l'endosperme (figure 3). Episperme ou tégument ; est une enveloppe résistante de couleur brune (Dakia et *al.*, 2007 ; Dakia et *al.*, 2008)

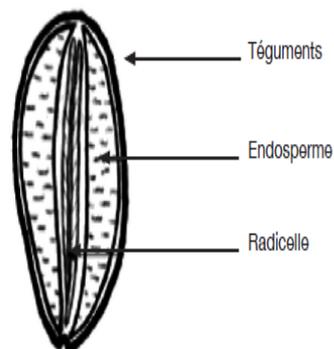


Figure 3 : Coupe transversale d'une graine de caroube (Dakia et *al.*, 2008)

I.1.3 Composition chimique de la caroube

La composition chimique des différents constituants dépend du cultivar, de la zone de culture et de la date de récolte. En Turquie, une étude comparant les profils principaux de sucres des pulpes de caroubier des variétés cultivées et sauvages, a montré que le saccharose est le sucre le plus abondant avec de plus petites quantités de glucose et de fructose dans les variétés sauvages, que les variétés cultivées. Alors que les taux des sucres individuels par rapport aux sucres totaux étaient semblables dans les deux cas (Biner et al, 2007).

L'endosperme de la graine de caroubier, représentant 42 % à 45 % de sa masse, est un tissu de réserve produisant une gomme constituant un tiers du poids total de la graine. (Melgarejo et Salazar, 2003 ; Dakia et al., 2008 ; Petitjean et al., 2022).

Le germe ou embryon de la graine de caroubier, représentant 23 % à 25 % de sa masse contient les tissus de réserve dans ses cotylédons (Neukom, 1988 ; Bengoechea et al., 2008).

I.1.4 Répartition Géographique

Le caroubier est distribué dans toute la région du bassin méditerranéen (Figure 4). On le rencontre actuellement dans une zone allant de l'Espagne et du Portugal jusqu'en Turquie, en Syrie, en passant par le Maroc, l'Algérie, la Tunisie, la Lybie, l'Egypte, le Liban, la Grèce, l'Italie et la France. Plus récemment, le caroubier a été introduit dans de nombreux autres pays à climats chauds et semi-arides, principalement aux Etats-Unis (Floride et Californie), l'Australie et l'Argentine, l'Arizona, le Chili, le Mexique et l'Afrique du Sud (Batlle et Tous, 1997 ; Boulbenza et al., 2019 Mahdad et Gouar, 2023).



Figure 4 : Distribution du caroubier dans le monde (Batlle et Tous, 1997)

En Algérie sa distribution peut être effectuée selon deux critères, climatique et production. La distribution de caroubier en Algérie (Figure 5), suivant le critère de production ; Bejaia, Blida,

Partie bibliographique partie I : Gomme de caroube
 Tipaza, Boumerdés, Ain-Defla, Bouira, Tlemcen, Mila, Mascara, Tizi Ouzou, B.B. Arreridj .
 Suivant le critère climatique; on a établi l'aire de répartition ; les collines bien ensoleillées des
 régions littorales ou sublittorales: Sahel algérois, Dahra, Grande-Kabylie et Petite-Kabylie, vallée
 de la Soummam (1074 ha) et de l'Oued-Isser, collines d'Oran et descoteaux Mostaganem à étage
 semi-aride chaud, plaines de Bône, Mitidja et les vallées intérieures (1054 ha) (Quezel et Santa, 1962 ;
 Benmahioul et *al.*, 2011).

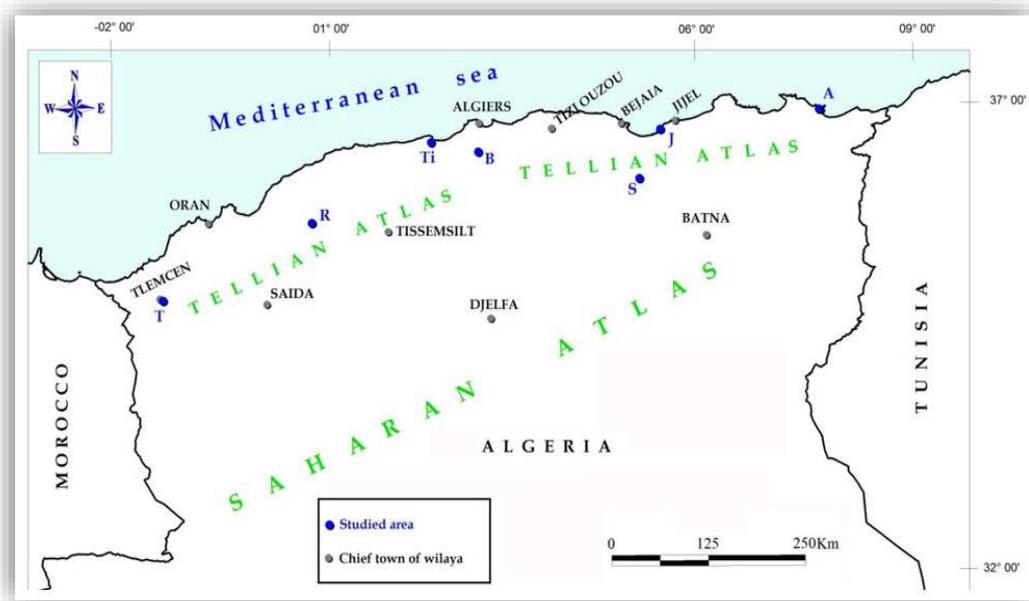


Figure 5 : Carte géographique de la distribution de caroubier en Algérie (Kocherane et *al.*, 2019)

I.1.5 Production de Caroube

I.1.5.1 Production Mondiale

La superficie totale récoltée de caroube dans le monde au cours de la dernière décennie (2012-2021) est estimée à 74 229 ha (**annexe 1**) dont 66 944 ha (90,18%) sont répartis entre Espagne, Portugal, Maroc et Italie. La production moyenne de caroube entre 2012 et 2021 est estimée à 183 915 t, et est principalement concentré en Espagne, le premier pays producteur avec 44114 t (Figure 6), ce qui représente près d'un quart de la production mondiale, de près suivi du Portugal avec 23% de la production mondiale, de l'Italie avec 17% et le Maroc avec 22 031 t soit 12% du volume mondial production. Les quatre pays mentionnés ci-dessus à eux seuls représentent plus des trois quarts (76 %) de la population mondiale production de caroube. (mahdad et Gaouar 2023)



Figure 6 : Principaux pays producteurs de caroube dans le monde au cours de la dernière décennie (2012-2021) (Mahdad et Gaouar, 2023)

I.1.5.2 Production Nationale

La superficie totale cultivée du caroubier en Algérie a fortement baissé, passant de 11000 ha en 1961 à 809 ha en 2016 (FAOSTAT, 2016). D'après FAO (2010), la superficie était en 2009 de 927 ha dont 645 ha, soit 69,58 % de la superficie totale se trouvent dans la wilaya de Bejaia. Cette dernière a baissé à 729 ha d'après FAOSTAT (2020).

La superficie récoltée de caroube est de 789 ha avec un rendement de 36507 ha/ha La production nationale de la caroube est estimée à 33841 Qx et se concentre principalement dans la wilaya de Bejaia avec une production de 18.417 Qx, ce qui représente 54,42 % de la production nationale, suivie par la wilaya de Blida (23,79%) et Tipaza (16,55%). Malgré son vaste territoire et ses capacités, l'Algérie est à la traîne parmi les pays producteurs de caroube, derrière le Portugal, l'Espagne, le Maroc, l'Italie, Turquie et les autres pays producteurs.

L'Algérie a connu une petite progression de production de caroube de 2865 tonnes en 2011 (FAO ,2016) à 3280 tonnes en 2020 (FAOSTAT, 2020).

I. 2.6 Utilisation de Caroubier

Le caroubier, essence agro-sylvo-pastorale, offre des avantages socio-économiques et écologiques grâce à ses fruits riches en éléments nutritifs. La farine de fruit est utilisée dans l'agroalimentaire et la pharmacie, surtout pour les problèmes gastro-intestinaux, comme la diarrhée. Le miel du caroubier est de qualité et son écorce ainsi que ses racines sont utilisées en tannerie (Dahmani et al., 2023 ; Louçao et al., 2024). (**Annexe 2**).

Partie II :
Pectine d'écorces
d'oranges

I.2 Généralités sur la pectine

Les pectines, ou plus généralement les composés pectiques, sont des polyosides liés aux glucides. Sur le plan nutritionnel, les pectines sont perçues comme des fibres solubles qui ont une capacité de rétention d'eau élevée, ce qui en fait un bon solvant. Elles sont uniquement végétales (plusieurs fruits et légumes), situées dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules, où elles sont le ciment intercellulaire, garantissant la rigidité et la cohésion celle-ci (Roman-Benn et *al.*, 2023 ; Li et *al.*, 2024).

I.2.1 Origine et Structure

Les substances pectiques sont présentes dans tous les végétaux, localisées dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules (Figure7), où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion. Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires tels que cellulose, hemicellulose, lignine, par des liaisons physiques et/ou chimiques (Be Miller, 1986 ; Harholt et *al.*, 2010 ; Fritas et *al.*, 2021).

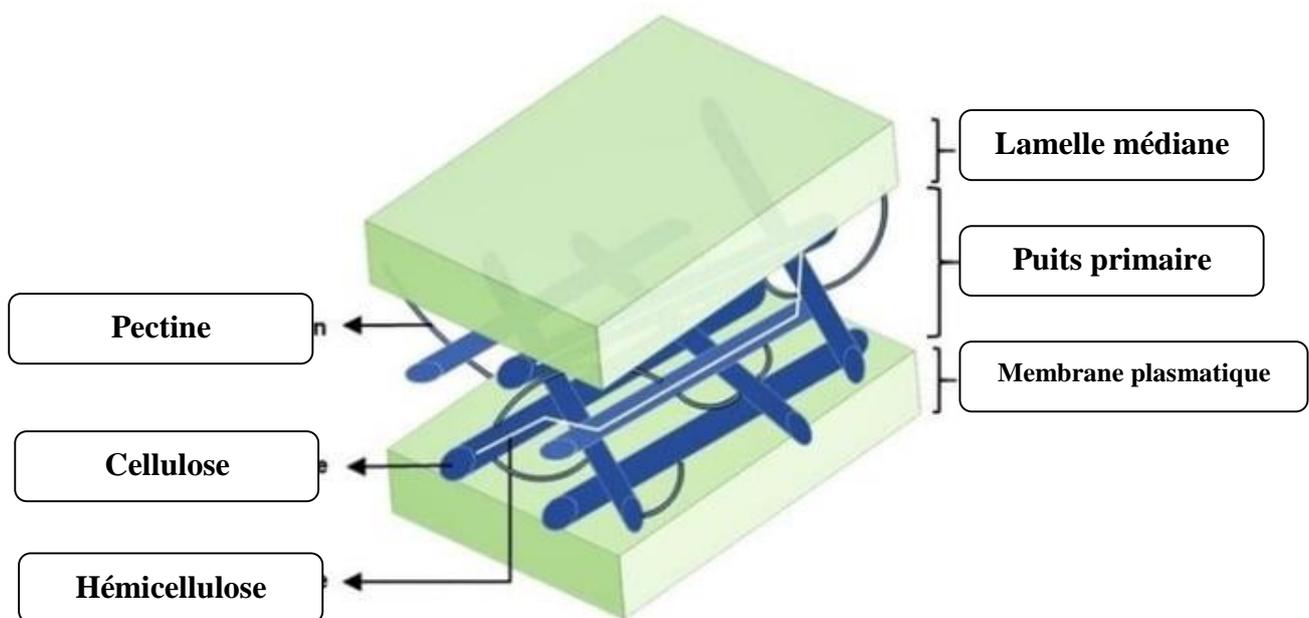


Figure 7 : Paroi primaire des plantes (corbeau et *al.*, 2014)

La composition et la structure de la pectine dépendent fortement de la source de pectine, des stades de développement des plantes et des conditions d'extraction (Do Nascimento et *al.*, 2018 ; Chandel et *al.*, 2022). La pectine est un polysaccharide dont le noyau est constitué d'acide D-galacturonique lié en α -1,4 et d'unités α -1,2- L -rhamnose (Figure 8), ainsi que d'un grand nombre de sucres neutres, notamment l'arabinose, le galactose et moindres quantités d'autres sucres (Noreen et *al.*, 2017).

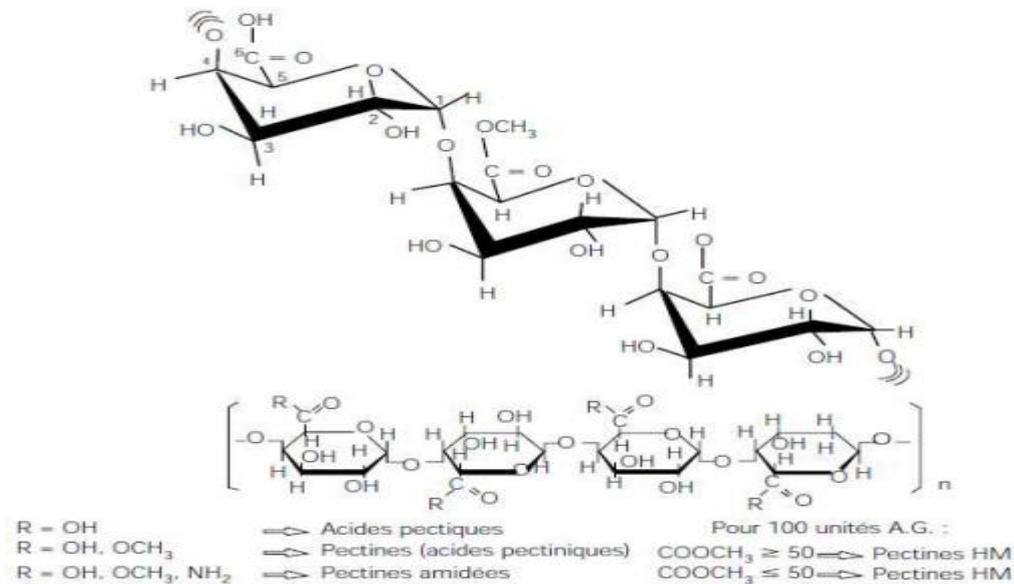


Figure 8 : Structure chimique de la pectine (Tilly,2010)

I.2.2 Source de pectine

Les principales sources d'extraction lucrative de pectine comprennent les agrumes, la pomme et les sous-produits générés après leur transformation, notamment les écorces d'agrumes et le marc de pomme (Sandarani et *al.*, 2017) ; alternativement, d'autres sources de pectine comprennent la coque de cacao (Mollea et *al.*, 2008) , les têtes de tournesol (Shi et *al.*, 1996), la betterave sucrière, la citrouille (Funami et *al.*, 2011) , la pastèque (Petkowicz et *al.*, 2017), et la pulpe de pomme de terre (Yang et *al.*, 2018). Le marc de pomme en contient environ 10 à 15 % et les écorces d'agrumes contiennent environ 20 à 30 % de pectine sur la base de la matière sèche, tandis que dans les résidus de têtes de tournesol et de betterave sucrière, environ 10 à 20 % de pectine est présente sur la base du poids sec (Gawkowska et *al.*, 2018). Les sources de pectine et son processus d'extraction sont illustrés dans tableau en **(annexe 3)**.

I.2.3 Méthodes d'extraction

La pectine est couramment extraite par extraction à l'aide de solutions acides fortes telles que les acides nitrique, sulfurique, phosphorique et chlorhydrique, à température élevée (Frietas et *al.*, 2020). L'extraction acide est généralement basée sur l'hydrolyse de la protopectine à haute température (Raji et *al.*, 2017). De nombreux chercheurs ont étudié les effets de différents solvants acides et conditions d'extraction (pH, température, durée et rapport solide/liquide) sur le

rendement d'extraction, la structure et les propriétés physicochimiques de la pectine. La plupart du temps, les acides sulfurique, chlorhydrique ou citrique étaient utilisés à des températures élevées (60 à 90 °C) pendant des périodes prolongées (1 à 6 h), suivies d'une précipitation alcoolique (Wicker *et al.*, 2014 ; Ferietas *et al.*, 2020 ; Sun *et al.*, 2020).

Ces dernières années, des méthodes alternatives à l'extraction acide conventionnelle ont été étudiées pour pallier les problèmes environnementaux liés à la génération de résidus d'effluents liés à ces méthodes traditionnelles. Avec la vulgarisation de la chimie verte, des exemples de technologies comme nouvelles méthodes d'extraction utilisées comprennent l'extraction assistée par micro-ondes (MAE) (Xu *et al.*, 2018 ; Lefsih *et al.*, 2017, l'extraction assistée par ultrasons (UAE) (Wang *et al.*, 2018 ; Souza *et al.*, 2018), les enzymes sont également utilisées pour améliorer le processus d'extraction en hydrolysant la matrice de la paroi cellulaire végétale telle que la pectinase (Chandel *et al.*, 2022). La figure ci-après résume les principaux techniques d'extraction.

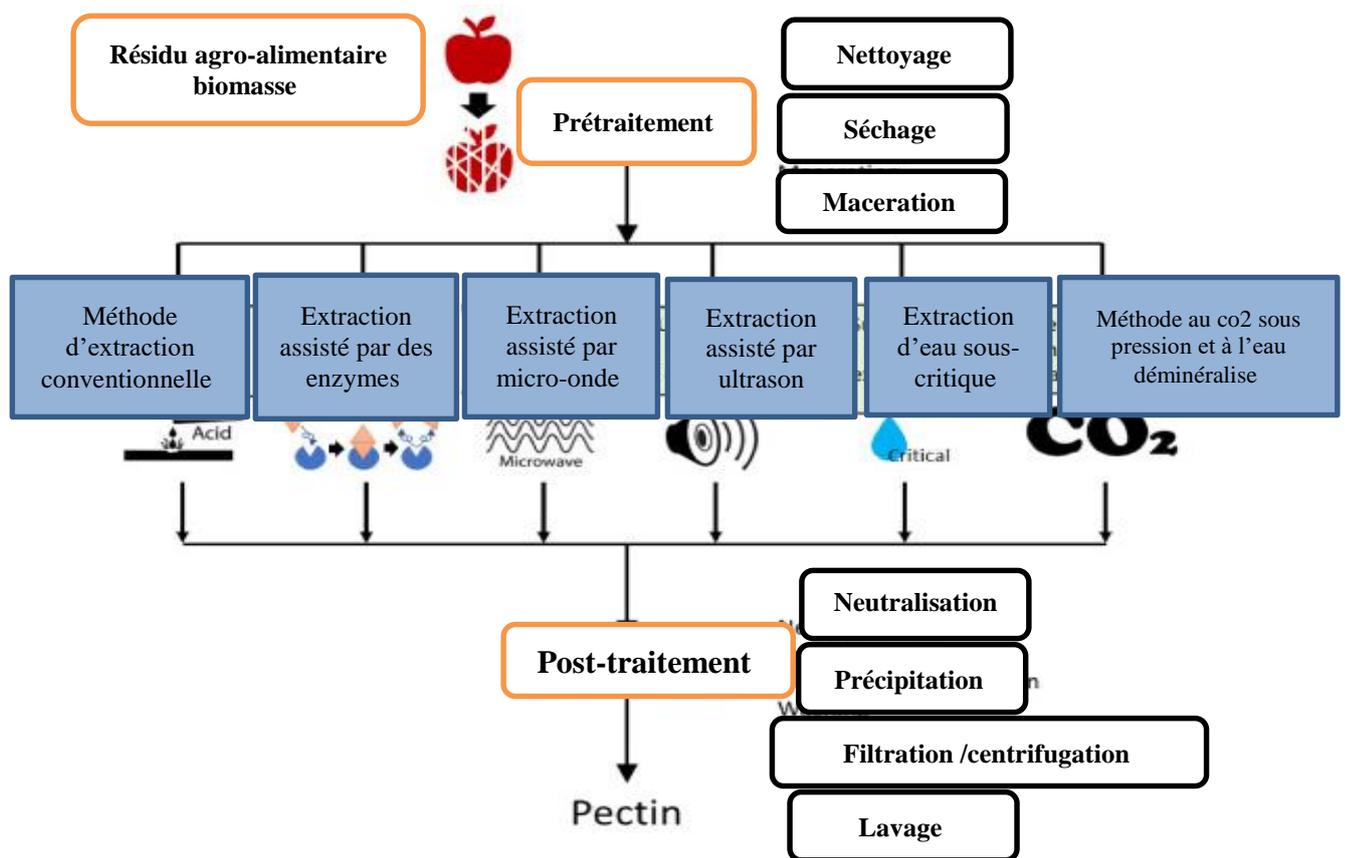


Figure 9 : Principales techniques d'extraction de la pectine (Roman-Benn *et al.*, 2023)

I.2.4 Propriétés des pectines

La pectine, en tant que polymère naturel présent dans de nombreux fruits, possède de nombreuses propriétés intéressantes qui ont été largement exploitées en technologie alimentaire et étudiées dans les domaines biomédical et pharmaceutique (Aline de Moura et *al.*, 2017 ; Espinoza et *al.*, 2018 ; Wua et *al.*, 2024).

- **Capacité de gélification et d'épaississement** : Les substances pectiques ont la capacité de former des gels et d'épaissir les solutions, ce qui les rend précieuses dans la fabrication de produits alimentaires tels que les confitures, les gelées et les sauces (Petkowicz et Williams, 2020).
- **Viscosité des pectines** : Cette propriété est obtenue quand les molécules modifient le comportement de la phase continue du fait de leur structure (PM/encombrement/...) sans pouvoir créer de zones de jonctions ; La viscosité des solutions de pectines totalement méthylées est indépendante du pH au contraire des solutions de pectines comportant des fonctions carboxyliques libres (Thibault, 1980).
- **Pouvoir émulsifiant** : L'émulsification est une propriété fonctionnelle normalement liée aux protéines des aliments. En revanche, le caractère principalement hydrophile des polysaccharides signifie qu'ils montrent généralement peu d'activité dans une interface huile-eau et ne sont donc pas aussi utiles en tant qu'agents émulsifiants (Leroux et *al.*, 2003).
- **Pouvoir moussant** : L'origine moléculaire des capacités considérables d'émulsification et du pouvoir moussant de la pectine est le caractère hydrophobe des groupes acétyles (2-9%) (Akhtar et *al.*, 2002).
- **Pouvoir gélifiant** : Le pouvoir de la pectine réside dans le fait qu'elle peut modifier fortement la structure d'une solution pour générer un réseau gélifié, ainsi que dans le fait qu'elle est d'origine naturelle et possède de nombreuses propriétés saines, ce qui a conduit à son utilisation accrue pour la formulation de gels comestibles. La pectine extraite des agrumes et des pommes est très utilisée en tant qu'agents gélifiants (Bugdanoff et *al.*, 2023 ; Li et *al.*, 2024).

I.2.5 Application

La multifonctionnalité de la pectine est due à la nature de sa molécule qui contient à la fois des régions polaires et non polaires, lui permettant d'être incorporée dans divers systèmes alimentaires (Nasrollahzadeh et *al.*, 2021 ; Roman-Benn et *al.*, 2023). Les possibilités d'application de la pectine sont très larges et nombreuses, allant des grandes catégories d'exploitations

Partie bibliographique partie II : Pectine d'écorces d'oranges
alimentaires, jusqu'aux secteurs industriels et pharmaceutiques (Belkhiry et *al.*, 2021 ; Chandel et
al., 2022), l'**(annexe 4)** illustre les différentes applications de la pectine.

Partie III :

Jus lacté

I.3 Boisson Lactée

Les boissons lactées sont destinées surtout aux enfants et aux adolescents. Au cours des dernières années, une large gamme de laits UHT aromatisés à différents parfums (fraise, vanille, banane, chocolat, orange, etc.) s'est développée sur le marché. Les produits laitiers contiennent une quantité significative de nutriments et sont considérés comme des aliments de haute qualité nutritionnelle (Drewnowski, 2005).

Les boissons lactées ne sont pas indispensables. Cependant, elles contribuent à l'hydratation quotidienne et apportent vitamines et minéraux. Certaines boissons sont complémentées en vitamines et en fer (J. Romain et al, 2008). Ce sont des sources de précieux éléments nutritifs et elles ont bon goût. Disponibles partout et faciles à consommer, elles offrent une grande diversité car de nouveaux types de produits et de nouveaux parfums sont régulièrement lancés sur le marché, les progrès dans la diversification des produits alimentaires sont dus à des formulations complexes qui assurent des caractéristiques constantes aux produits finis, notamment grâce à l'utilisation d'épaississants qui augmentent la viscosité et parfois agissent comme agents gélifiants dans les milieux aqueux (Doublier et al, 2003).

I.3.1 Définition de la boisson lactée :

Le terme boisson lactée désigne toute boisson prête à la consommation à base de lait liquide nature ou aromatisés écrémé, partiellement écrémé, à faible teneur en matières grasses ou entier.

I.3.2 Composition nutritionnelle de boissons lactées

La composition proximale et la valeur nutritive des formulations de boissons lactées sont présentées dans (**annexe 5**).

I.3.3 Ingrédients ajoutés

Sachant que la matière première principale et commune à tous les types de boissons lactées est le lait, d'autres adjuvants peuvent être ajoutés selon la recette. Le sucre est un ingrédient habituel et indispensable pour un dessert. Il peut être additionné sous différentes natures (saccharose, fructose ou glucose). Ils peuvent également contenir des agents sucrants à l'instar des sirops de glucose-fructose (Saunders, 2011 ; Lubrano-Lavadera et al., 2014 ; Saunders, 2016). D'autres ingrédients spécifiques peuvent être ajoutés, apportant une large palette de textures et de saveurs (Mayade et al., 2007 ; Saunders, 2011 ; Lubrano-Lavadera et al., 2014).

I.3.4 Etapes de fabrication de boisson lactée à l'échelle industrielle

Le diagramme indiquant les différentes étapes de fabrication industrielle de la boisson lactée (**annexe 6**)

Partie

Pratique

II.1 Plans du travail

Dans cette présente étude, un essai de développement d'une méthode d'extraction de la pectine à partir des écorces d'oranges par l'application d'un plan d'expérience et la gomme à partir des graines de caroube sera entrepris, une évaluation de leurs propriétés fonctionnelles après leur incorporation dans un produit laitier sera également réalisée. L'objectif principal est de mettre en exergue l'impact de l'incorporation de la gomme et la pectine sur les propriétés physicochimiques et rhéologiques d'une boisson lactée. Une partie du travail a été réalisé au niveau du laboratoire du laboratoire de Technologie alimentaire et laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Bejaia et une autre partie au niveau de laboratoire de recherche et développement du groupe TCHIN-LAIT CANDIA. (annexe7) (annexe8)

II.2 Préparation de la matrice végétale

II.2.1 Pectine

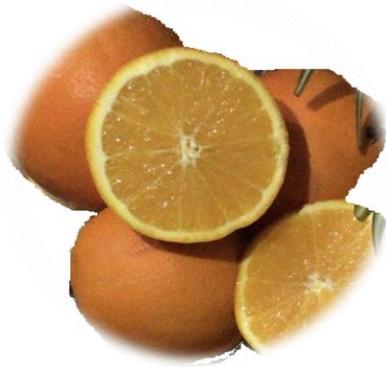
Le matériel végétal est constitué d'oranges de l'espèce orange (*Citrus sinensis* L.) procurés en mois de Décembre 2023 dans des fermes de la commune de EL-Kseur à 24 km au sud-ouest de la wilaya Bejaia, et commune d'Amizour située à 23.8km au sud-ouest de Bejaia.



Figure 10 : Localisation de la Zone d'étude (Google Maps)

Une identification a été réalisée au niveau du laboratoire de physiologie végétale, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'université Abderrahmane Mira de Bejaia. Les oranges ont été lavées, les écorces ont été par la suite séparées de l'endocarpe à l'aide d'un couteau en acier inoxydable, puis coupée ensuite en petits morceaux environs 2cm.

Les écorces ont été séchées à l'ombre pendant plus de 3 semaines, broyées, la poudre obtenue a été tamisée (125 μ m) (Figure 12).



A)



B)

Figure 11 : A) Oranges B) Ecorces d'orange à l'état brute

II.2.1.1 Optimisation des conditions de l'extraction de la pectine

Cette étape consiste à déterminer les meilleures conditions de l'extraction de la pectine contenue dans les écorces d'oranges. Le model expérimental est divisé en deux parties. Un essai préliminaire est effectué pour déterminer les types de facteurs qui influent sur la réponse d'intérêt, ainsi que leurs niveaux haut et bas, selon la méthode classique d'extraction en variant un paramètre et fixant les autres.

II.2.1.1.1 Extraction de la pectine par la méthode acide

L'extraction de la pectine a été réalisée selon protocole décrit par Hend et *al.* (2015). Avec quelques modifications ; Une Masse de poudre a été additionnée à un volume d'eau à température ambiante, après agitation le mélange a été chauffé à 100°C sous agitation pendant 1 h. Un volume d'acide citrique a été ajouté au mélange jusqu'à pH=2, après un chauffage au bain marie à une température de 40°C pendant 30min une agitation a été effectuée pendant quelques minutes. Après filtration, une précipitation a été réalisée par l'ajout d'un volume d'éthanol au filtrat, après une filtration avec un papier mousseline, la pectine a été récupérée, séchée et conservée à l'abri de l'humidité et la lumière. La figure ci-après résume les principales étapes de l'extraction.

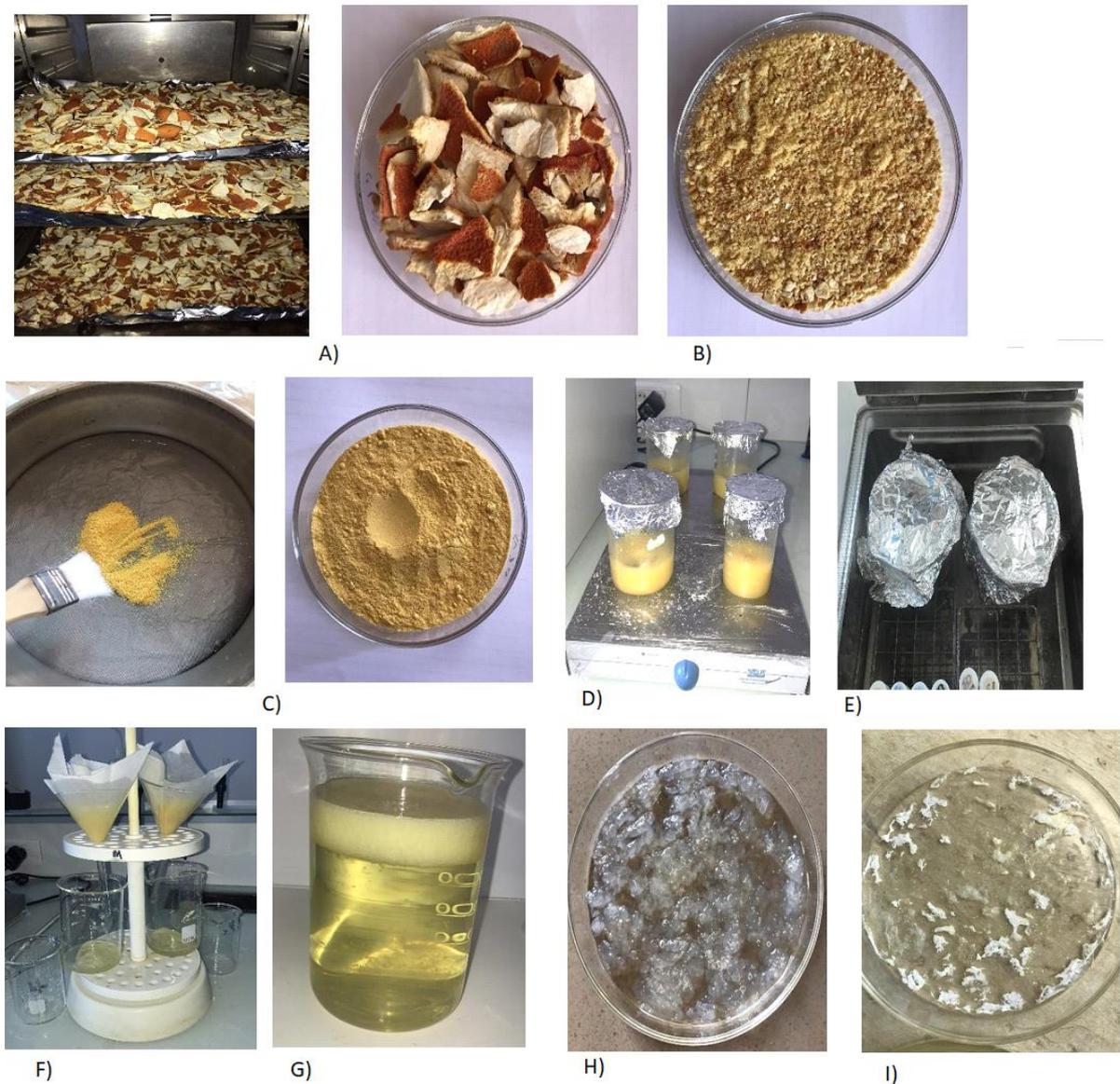


Figure 12: Principales étapes d'extraction de pectine à partir des écorces d'orange : (A) Séchage des écorces dans une étuve ; (B) Broyage ; (C) Tamisage, (D) Préparation des solutions après hydrolase acide, (E) Traitement thermique des solutions ; (F) Filtration ; (G) Précipitation de la pectine ; (H) Pectine non séchée ; (I) Pectine séchée

Le choix des conditions adéquates est déterminé selon le rendement en pectine obtenue. Le tableau ci-après illustre les conditions d'extractions utilisées dans l'étude préliminaire.

Tableau I : Conditions d'extraction utilisées dans l'étude préliminaire de l'extraction de la pectine à partir des écorces d'oranges.

Température (°C)	Temps (min)	pH
30	30	1
40	40	2
60	60	3
80	80	4
90	90	3
100	100	6

II.2.1.1.2 Méthodologie de surface de réponse

L'optimisation des conditions de l'extraction a été réalisée en utilisant la méthode de surface de réponse (MSR). Le type du modèle choisi est le plan central composite CCD. Trois facteurs (X1, X2 et X3) à trois niveaux (-1, 0 et +1) sont appliqués pour optimiser l'extraction de la pectine à partir de la poudre (tableau II). Ce plan comprend 20 essais.

Tableau II: Niveaux des variables choisies pour les essais de l'extraction

Température (°C)	Temps (min)	pH
(-1) 40	(-1) 30	(-1) 2
(0) 60	(0) 60	(0) 3
(+1) 80	(+1) 90	(+1) 4

L'extraction de la pectine a été réalisée selon protocole décrit par Hend and *al.* (2015). Avec quelques modifications (figure12).

II.2.2 Caroube

La matière végétale est constituée de fruits, appelés gousses de caroube, appartenant à l'espèce *Ceratonia siliqua*. Ces fruits proviennent de la région d'Imazayen, située au nord-est de la wilaya de Bejaïa, dans la commune de Boulimat, en Algérie, aux coordonnées géographiques suivante latitude 36°48'17'' et longitude 4°66'12''

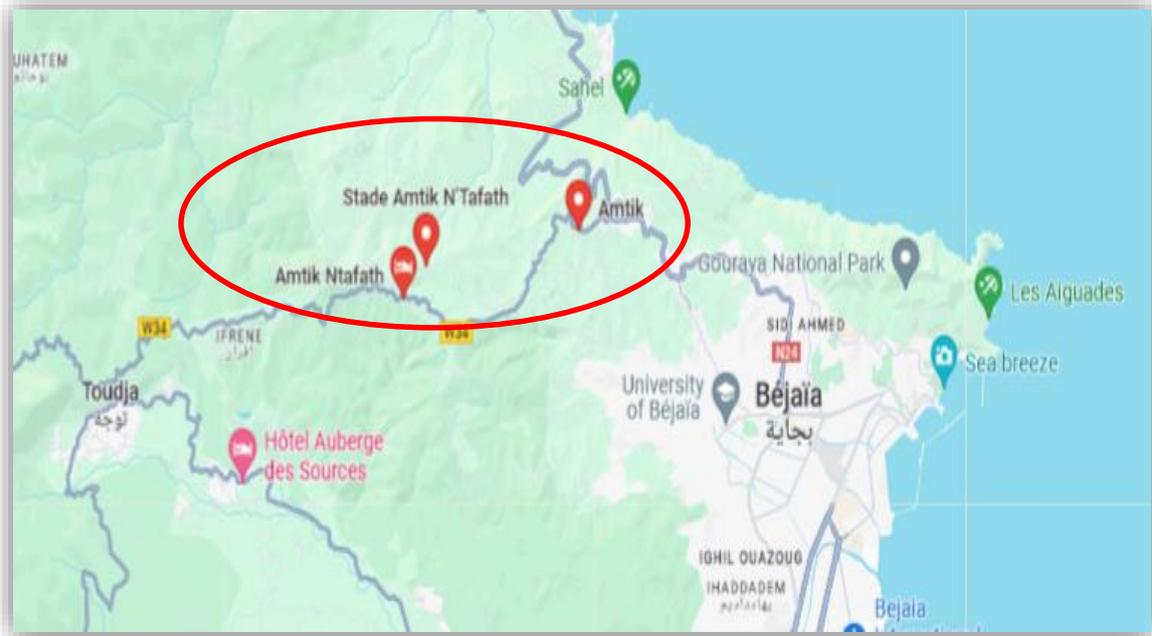


Figure 13: Localisation de la zone d'étude (Google Maps)

Une identification a été réalisée au niveau du laboratoire de physiologie végétale, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'université Abderrahmane Mira de Bejaia. Les gousses ont été séchées à l'ombre pendant plus de 3 semaines, essuyer, les graines ont été ensuite séparées des pulpes et récupérés (figure 14).

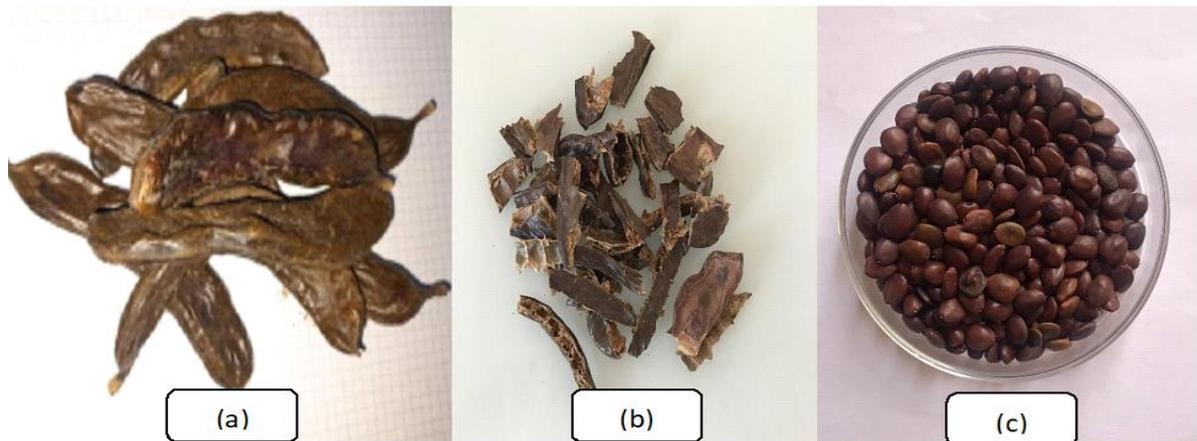


Figure 14 : (a) Gousse ; (b) Pulpe ; (c) Graines

II.2.2.1 Extraction de la gomme de caroube

L'obtention d'une gomme de caroube blanchâtre de haute qualité requiert un travail minutieux en plusieurs étapes. Cette extraction a été réalisée en suivant le protocole décrit par Dakia et *al.* (2008), avec quelques modifications :

- **Traitement thermique**

L'extraction implique la séparation de l'endosperme, qui est un traitement essentiel. Une masse de graines a été ajoutée à un volume d'eau bouillante, le mélange a été chauffé à 100°C sous agitation pendant 1 h.

- **Lavage et Décorticage**

Après avoir récupéré les graines, elles ont été lavées avec de l'eau distillée. Après refroidissement à température ambiante la cuticule et le germe ont été éliminés manuellement .



Figure 15: Constituants de la graine

- **Séchage et broyage**

Les endospermes ont été séchés à l'étuve (40°C) puis broyés avec un broyeur de type Bomann

- **Tamisage**

La poudre obtenue a été tamisée à l'aide d'un tamiseur de granulométrie de 250 µm. La poudre obtenue est une poudre de couleur jaunâtre gomme de caroube brute non purifiée (GCB).

La figure ci-dessous résume les différentes étapes d'extraction de la gomme de caroube

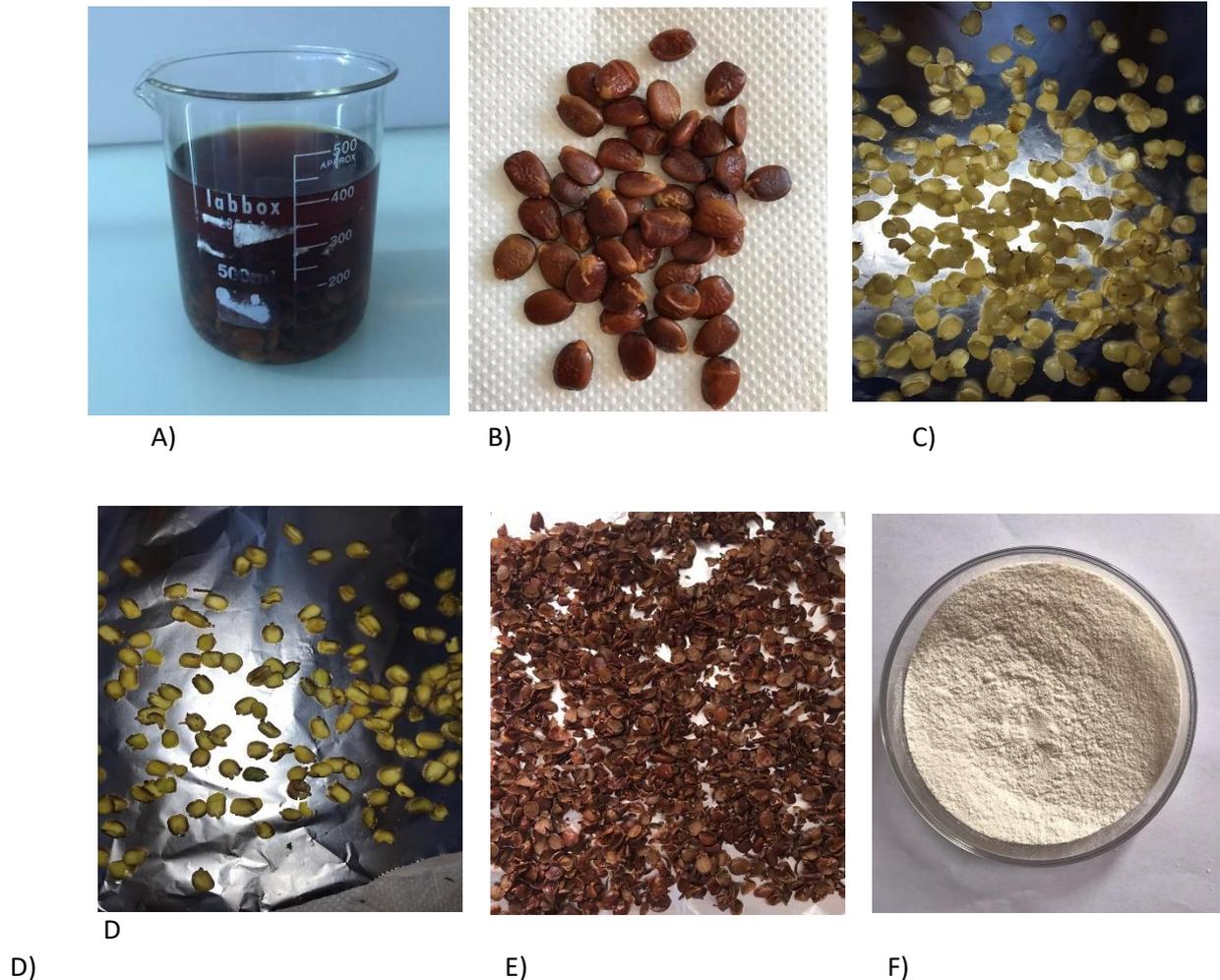


Figure 16 : Principales étapes d'extraction de la gomme A) Macération ; B) Récupération des graines ; C) Endosperme ; D) Germe ; E) Cuticule ; F) Gomme brute

II.2.2.2 Purification de la gomme de caroube

La purification permet de réduire considérablement les impuretés à l'instar les minéraux, protéines, cellulose, lignine et les lipides (Da Silva et *al.*, 1990).

La mise en évidence de la gomme a été effectuée suivant la méthode décrite par Haddarah et *al.* (2014), avec quelques modifications : une masse de poudre GCB est mélangée à un volume d'eau

Distillée, chauffée à une température de 80 °C pendant 30 min avec agitation continue. Après refroidissement à température ambiante, le mélange est centrifugé à une vitesse de 4500 tr/min pendant 15 min. Une quantité de surnageant est récupérée et précipitée toute la nuit dans un volume d'isopropanol. Après la filtration, un séchage à de 40°C est appliqué, puis un broyage et à un tamisage. Une poudre très fine de caroube purifiée GCP est obtenue. Les principales étapes de purification de la gomme de caroube sont résumées dans la figure suivante.

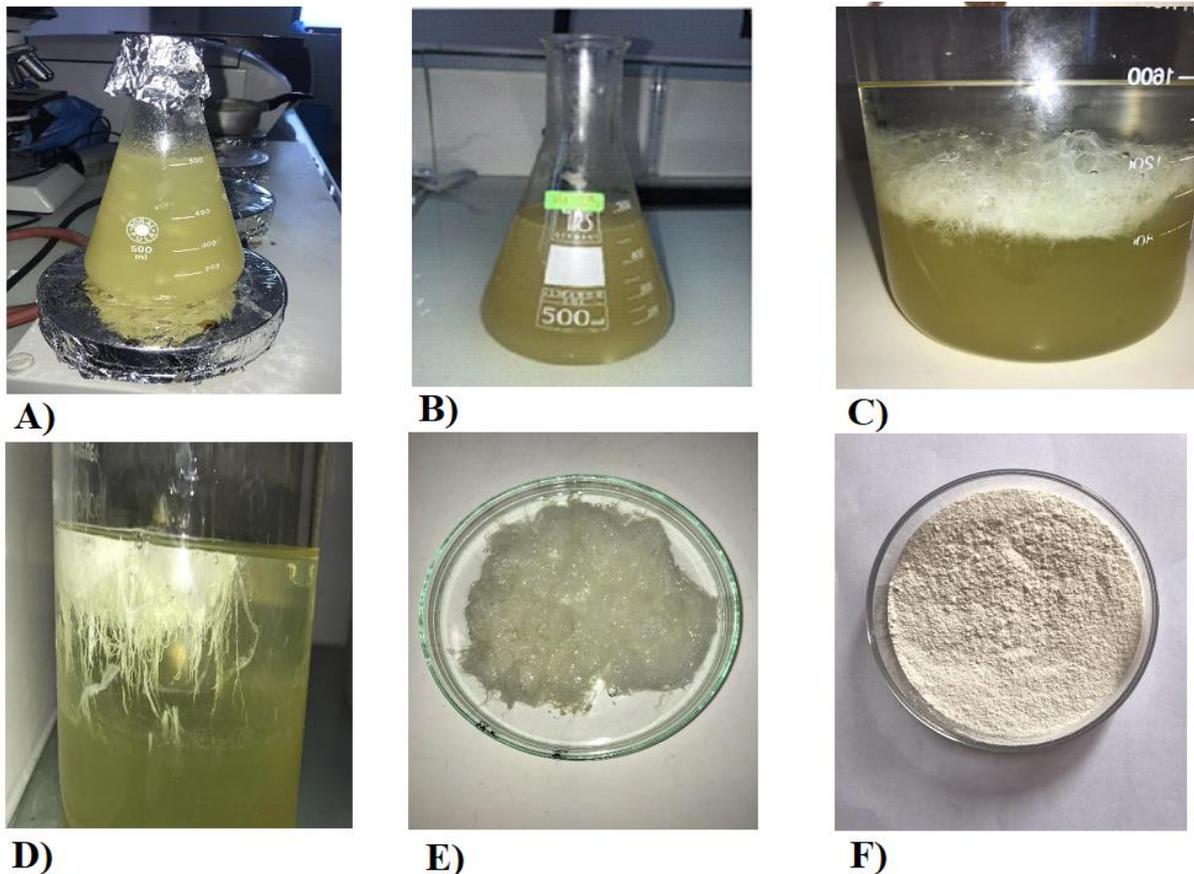


Figure 17: Différentes étapes de purification de la gomme de caroube : (A) Chauffage de la solution ; (B) Refroidissent de la solution ; C et D) Précipitation à l'isopropanol ; E) Précipité ; F) Gomme purifiée séchée

II.3 Caractérisation Physico-chimique de la Gomme de Caroube et de la Pectine

II.3.1 Test d'humidité

Après la récupération (gomme et pectine), un test d'humidité a été réalisé selon la méthode AOAC (2000). 100 mg d'échantillons ont été séchés pendant 3 h à 105°C, repesés après séchage. Les résultats sont exprimés comme suit :

$$\text{Teneur en eau \%} = \% = \frac{M_F - M_S}{P} \times 100$$

M_r: Masse de la matière végétale avant séchage (mg).

M_s: Masse de la matière végétale après séchage (mg).

P : Masse de la prise d'essai (mg).

II.3.2 Détermination du pH (NF V 05-108, 1970)

- **Principe**

La détermination est effectuée en unités de pH en mesurant la différence de potentiel entre deux électrodes en verre immergées dans une solution aqueuse de gomme de caroube et de pectine d'écorces.

- **Protocole**

Des solutions de GCB et pectine à 0,1% ont été préparées. Après refroidissement plonger la sonde de pH mètre dans les solutions et faire la lecture.

II.3.3 Détermination du degré Brix

- **Principe**

Selon la norme AFNOR (1970), cette concentration est exprimée en pourcentage massique. Le résidu sec soluble, évalué par réfractométrie, correspond à la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé, dans des conditions de préparation et de température équivalentes.

- **Protocole**

La teneur en solides solubles totaux a été déterminée par une lecture directe par un réfractomètre manuel (ATAGO, PAL-1 de 0-53% Brix). La lecture est faite en plaçant une goutte d'échantillon, sur la plaque de charnière de l'instrument, face à la lumière dans une lecture numérique du réfractomètre et exprimés en degrés Brix (Gomes et *al.*, 2018).

II.3.4 Détermination de la teneur en sucres totaux

- **Principe**

Le procédé de dosage repose sur la condensation des produits de déshydratation des oses avec un chromogène, en l'occurrence le phénol. Cette réaction engendre la formation de chromophores de teinte jaune-orange. L'évolution de la densité optique à 485 nm est alors mesurée pour suivre l'apparition de ces chromophores (Dubois et *al.*, 1956).

- **Protocole**

La méthode utilisée pour déterminer les sucres totaux est basée sur le protocole de phénol-sulfurique, ('décrit par Dubois et *al.* (1956) avec quelques modifications : un aliquote de chaque échantillon est dissoute dans un volume d'éthanol à 80 %, le mélange est soumis à une agitation de 2 h. Après filtration, les filtrats obtenus sont ajoutés à 1 mL de phénol à 5 % et 5 mL H₂SO₄. Ces mélanges sont agités à température ambiante pendant 20 min, une coloration jaune apparaît.

La mesure de l'absorbance est réalisée à 485 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible, permettant ainsi de déterminer la teneur en sucres totaux à partir d'une courbe d'étalonnage établie avec du glucose

II.3.5 Détermination des protéines

- **Principe**

La méthode de Bradford est basée sur le changement en milieu acide de la couleur du bleu de Coomassie après liaison (complexation) avec les acides aminés aromatiques et les résidus hydrophobes des acides aminés présents dans la ou les protéines à une longueur d'ondes de 465 nm à 595 nm (Kielkopf et *al.*, 2020).

- **Protocole**

La quantité en protéines est estimée d'après la méthode décrite par Kielkopf et *al.* (2020) Avec quelques modifications. Un volume de chaque échantillon est ajouté à un volume de réactif de Bradford. Après agitation le mélange est laissé à l'obscurité pendant quelques minutes. La lecture est réalisée au moyen d'un spectrophotomètre (UV-visible) à une longueur d'onde de 590 nm après avoir réalisé un balayage de 800-400nm. Une courbe d'étalonnage a été réalisée à partir d'une solution mère de BSA (1mg/mL)..

II.3.6 Dosage des lipides

- **Principe**

Suite à l'extraction au moyen d'un solvant organique (éthyle éther), réalisée à l'aide d'un appareil de type Soxhlet, il est présumé que la totalité de la matière grasse est transférée dans le solvant (De Pádua et *al.*, 2004).

- **Protocole**

L'estimation de la teneur en lipides est basée sur le protocole décrit par De Pádua et *al.* (2004). La méthode implique l'extraction d'une masse de poudre de gomme et de la pectine d'écorce d'orange à l'aide d'un Soxhlet pendant 4 h en utilisant un volume d'éther diéthylique. Après évaporation du solvant, les résidus sont considérés comme étant des lipides.

II.3.7 Dosage des cendres (AOAC, 2006)

- **Principe**

Le principe consiste à une cinération du matériel biologique. L'opération ne sera terminée que lorsque la couleur des résidus deviendra blanche grisâtre, qui se transformera en une couleur blanche après refroidissement (AOAC, 2006).

- **Protocole**

La poudre est placée dans un four à moufle chauffé à 600°C et maintenue à cette température pendant une durée de 6 h pour une incinération. La quantité de cendres est exprimée en pourcentage (%) selon la formule suivante :

$$\text{Teneur en Cendres (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_i} \times 100$$

M1 : Masse (g) de creuset avec cendre après incinération

M2 : Masse (g) de creuset vide

Mi : Masse (g) initiale d'échantillon

II.4 Analyse phytochimique

II.4.1 Dosage des polyphénols totaux

- **Principe**

La réaction est basée sur la réduction en milieu alcalin de la mixture d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀) du réactif de Folin-Ciocalteu par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleue oxydes bleus de tungstène (W₈O₂₃) et de molybdène (Mo₈O₂₃), dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon (Ribéreau-Gayon, 1968).

- **Protocole**

Pour déterminer la teneur en poly phénols totaux dans les deux échantillons analysés, une extraction de type solide-liquide (macération) a été réalisée d'après le protocole d'Avallone *et al.* (1997). Une masse d'échantillon a été dissoute dans l'eau. Un volume de la solution est extrait (trois fois) avec un volume d'acétone à 50 %. Après agitation pendant 2h, une filtration a été effectuée, par la suite 100 µL du filtrat sont additionnés de 0,5 mL de Folin-Ciocalteu à (1N) et Na₂CO₃ à (7,5%), après agitation le mélange est incubé à 20min, puis la lecture est réalisée au moyen d'un spectrophotomètre (UV-visible) à une longueur d'onde de 765 nm après avoir réalisé un balayage de 800-400nm. La concentration en polyphénols totaux est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique et exprimée en milligramme d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g MS).

II.5 Evaluation de l'Activité antioxydante

L'activité antioxydante des échantillons testés a été estimée par deux méthodes, test DPPH et pouvoir réducteur

II.5.1 Test piégeage du radical DPPH·

- **Principe**

Le DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl) est pratiquement le radical libre le plus stable, en solution (méthanol ou éthanol) il est caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515-518 nm, en présence d'un donneur d'hydrogène et d'électron, le DPPH· est réduit à la forme non radicalaire de couleur transparente (forme d'hydrazine) (Figure25) . Ce passage de la première forme à la deuxième est accompagné d'une diminution de l'absorbance qui peut s'exprimer par le pourcentage de réduction du DPPH· (Brand-Williams et *al.*, 1995 ; Hussen et Endalew, 2023).

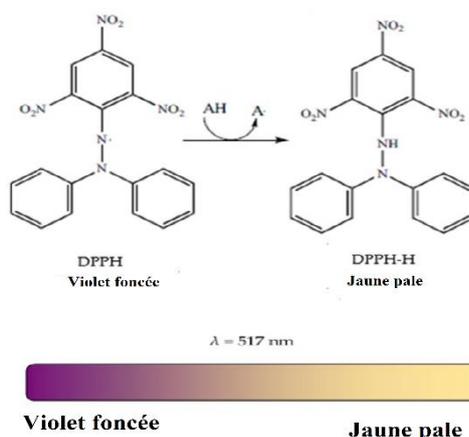


Figure 18 : Mécanisme de neutralisation du radical DPPH par un antioxydant

- **Protocole**

La capacité de piégeage des radicaux libres des échantillons est évaluée par la méthode décrite par Seung-Cheol et *al.* (2004) avec quelques modifications. 100µl de la solution de chaque échantillon est additionné à une solution méthanol DPPH· (0,2 Mm). Après incubation à température ambiante et à l'obscurité pendant 30 min, les absorbances sont mesurées à une longueur d'onde de 517 nm. Un control est préparé en parallèle en remplaçant l'échantillon par une solution méthanolique DPPH·. Le pourcentage d'inhibition du radical est calculé comme suit:

$$\text{Le pourcentage d'inhibition du DPPH} \cdot \% = \frac{AC - Ae}{AC} \times 100$$

A_c = absorbance du control ; A_e = absorbance de l'échantillon.

II.5.2 Pouvoir réducteur

- **Principe**

Le pouvoir réducteur est l'aptitude des antioxydants à réduire le fer ferrique en fer ferreux. La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (Balasuhdram et *al.*, 2005).

- **Protocole**

L'étude du pouvoir réducteur des échantillons analysés est estimée selon la technique décrite par Huang et *al.* (2006), avec quelques modifications. Un volume de chaque échantillons (70-250 μ g/mL) est ajouté à 1,25mL de tampon phosphate (0,2M pH 6,6) et de 1,25 mL de ferricyanure de potassium (K₃ F₂ (CN) 6) à 1%, l'ensemble est incubé à 50°C pendant 20 min à l'abri de la lumière puis un volume de 1,25 mL d'acide trichloracétique (10%) est ajouté, après centrifugation à 3000t/min pendant 10min, le surnagent (2,5 mL) est ajouté à 2,5 mL d'H₂O distillée et 0,5 mL de Chlorure ferrique FeCl₃ (0,1%). L'absorbance est lue à 700nm.

II.6 Evaluation de la cytotoxicité

- **Préparation de la suspension des globules rouges**

Le sang a été prélevé par ponction veineuse sur des volontaires sains, placé dans des tubes héparines et centrifugé à 3500tr/min pendant 15min. Le plasma et la couche leucocytaire ont été éliminés. Les globules rouges (GR) ont été mis en suspension dans un volume de NaCl à 0,9% et centrifugés à 2500 tr/min pendant 5min. Les GR ont été lavés plusieurs fois dans la même solution jusqu'à l'obtention d'un surnagent clair. Par la suite le culot (GR) a été récupéré afin de préparer une solution d'un volume de culot dans 9 volumes de NaCl (0,9%) pour le test de cytotoxicité.

- **Préparer les dilutions**

Plusieurs solutions (5 solutions) ont été préparées à différentes concentration (0.125 ; 0.25 ; 0,5 ; 1 ; 1,5 mg/mL).

- **Protocole**

Un volume de chaque solution préparée est mélangé à 1 mL de la solution des GR. Les échantillons ont été centrifugés à 14000tr/min pendant 10min et le surnagent a été récupéré et les échantillons ont été incubés pendant 60min, la lecture de l'absorbance est réalisée au moyen d'un Spectrophotomètre (UV-Visible) à une longueur d'onde $\lambda = 540$ nm. L'hémolyse en présence des extraits est calculée par rapport à cette formule :

$$\text{Le pourcentage d'hémolyse (\%)} = 100 \times \frac{A_0 - A_1}{A_0}$$

- A_0 : Absorbance du control positif
- A_1 : Absorbance en présence de l'extrait

II.7 Essai d'incorporation de la gomme de caroube et de la pectine d'écorces d'oranges dans un produit laitier (boisson lactée)

II.7.1 Préparation des échantillons de la boisson lactée

Dans cette partie d'étude, un essai d'intégration des deux substances végétales la gomme de caroube et la pectine d'écorces d'oranges, dans un jus lacté élaboré au niveau du complexe Tchinelait CANDIA. Divers échantillons ont été élaborés en utilisant un protocole défini par l'équipe de recherche de l'unité. (Présentation de l'entreprise (Tchin-lait) **en annexe**)

II.7.2 Contrôle de la stabilité de la viscosité de la pectine et de la gomme

Un suivi de la stabilité de la viscosité de la pectine, de la gomme et de la mixture (pectine + gomme) a été réalisé pendant 10 jours à température ambiante.

- **Principe**

Elle est mesurée par le biais d'un viscosimètre rotatif, qui détermine la viscosité d'un fluide a un gradient de vitesse donné. Le principe de fonctionnement consiste à appliquer une force de mouvement exercé sur un axe central qui est un mobile de taille fixe à vitesse constante. (**Decodts et Flamarion, 1985**).

- **Protocole**

Après l'étalonnage du viscosimètre rotatif modèle BROOKFIELD de type DV1MLVKJO, une masse d'échantillon est placée centrée au-dessous du disque du viscosimètre (s'assurer que le produit touche toute la surface du disque) .

II.7.3 Composants impliqués

Un assortiment d'ingrédients a été utilisé pour élaborer la boisson lactée, incluant de l'eau, du lait écrémé reconstitué, du sucre, des jus de fruits (mangue, orange) également reconstitués, ainsi que des additifs alimentaires tels que des épaississants, de la gomme de caroube, de la pectine d'écorces d'orange, un régulateur d'acidité, un arôme et des antioxydants.

Tableau III : Composition des échantillons de jus lactés préparés

	Composition

Echantillons	Eau	Lait écrémé reconstitué	Sucre	Jus de fruits	Epaississants	Gomme de caroube	Pectine d'écorces d'oranges régulateur d'acidité	Arome	Antioxydants
E1	+	+	+	+	-	+	-	+	+
E2	+	+	+	+	-	-	+	+	+
E3	+	+	+	+	-	+	+	+	+

E1 : jus lacté avec gomme de caroube ; **E2** : jus lacté avec pectine d'écorces d'orange ; **E3** : jus lacté mélange entre la gomme de caroube et la pectine d'orange

II.7.4 Formulation de la boisson lactée

La première étape de cette formulation consiste à mélanger les ingrédients secs (la poudre de lait écrémé, épaississants) puis l'incorporation de la pectine, la gomme de caroube et ou les deux substances préalablement solubilisés dans lait entier pasteurisé, d'autre part le lait a été chauffer jusqu'à 90°C pendant quelques secondes, puis ajouté le mélange des ingrédients secs petit à petit et laissé chauffer jusqu'à l'ébullition : Les produits obtenus ont été placés dans des récipients alimentaires en verre stériles avec des couvercles et conservés .



Figure 19 : Echantillons de boissons lactées formulées

II.7.5 Détermination de certains paramètres physico-chimiques

II.7.5.1 Détermination du pH (AFNOR, 1986)

- **Principe**

Le pH est mesuré par un pH-mètre dont sa valeur est en fonction de la concentration des ions hydronium présents dans la solution.

- **Protocole**

Le pH est déterminé directement en utilisant un pH-mètre après avoir plongé l'électrode dans le l'échantillon de boisson lactée.

II.7.5.2 Détermination de l'acidité titrable ISO 750 (1981)

- **Principe**

La méthode repose sur un titrage de l'acidité à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré.

- **Protocole**

Un volume d'échantillon (10 mL) est transféré dans un bécher équipé d'un agitateur. Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine, versé depuis la burette la solution d'hydroxyde de sodium (0,1 N) jusqu'à ce qu'une coloration rose persiste pendant 30 sec (pH 8,1).

II.7.5.3 Détermination du degré Brix

- **Principe**

Le degré de Brix (%) indique le pourcentage de solides solubles présents dans un échantillon, représentant ainsi la somme totale des composants dissous dans l'eau, tels que les sucres, les protéines, et les acides, comme cela été rapporté par Cendres (2011).

- **Protocole**

Pour nettoyer le prisme du réfractomètre, utilisez un petit morceau de coton imbibé de solvant organique tel que de l'acétone. Ensuite, réglez l'appareil à 1,333 et à 0 % de degré Brix en utilisant une goutte d'eau distillée pour faciliter la lecture. La valeur de l'indice est ensuite lue à travers une lentille d'observation. Les valeurs de l'indice de réfraction et du degré Brix sont directement notées sur les deux échelles au point où la limite entre la frange claire et la frange foncée se croise, conformément à la méthode décrite par l'AOAC (2000).

II.7.5.4 Détermination de la Densité (AFNOR, 1999)

- **Principe**

La densité P est le rapport de la masse volumique de l'espèce chimique par la masse volumique de l'eau, c'est une grandeur sans unité (Lydie et Grégory, 2013)

- **Protocole**

Peser le pycnomètre vide et parfaitement sec, puis le repeser rempli d'eau distillée, sécher à l'aide d'une étuve. Peser le pycnomètre rempli de l'échantillon. La densité P est donnée par la formule suivante :

$$D = p = \frac{P2 - P0}{P1 - P0}$$

$P0$: Masse du pycnomètre vide en g

$P1$: Masse du pycnomètre rempli d'eau en g

$P2$: Masse du pycnomètre rempli d'échantillon en g

II.7.5 .5 Contrôle des caractéristiques rhéologiques

II.7.5.5.1 Détermination de la Viscosité

Le même protocole évoqué précédemment en page N°28 dans la section I.6.3 Contrôle de la stabilité de la viscosité de la pectine et de la gomme

II.8. Évaluation sensorielle

Une évaluation sensorielle a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Bejaia, sur les échantillons de boisson lactée préparée à base de gomme de caroube et de pectine, le panel d'analyse se compose des jurys experts. Les sujets ont été invités à déguster les échantillons dans des salles de dégustation spécifique individuelle, munie de lumière blanche, ils ont été servis dans des gobelets en plastique blanc et présentés avec un code à un chiffre et exposés dans un ordre équilibré. De l'eau et du pain ont été fournis aux dégustateurs dans le but de nettoyer leur palais entre chaque dégustation.

Chaque dégustateur s'est vu remettre un questionnaire visant à évaluer les caractéristiques organoleptiques des échantillons formulés, incluant la couleur, l'odeur, les sensations en bouche telles que le l'arrière-goût, ainsi que la texture et la consistance.

Les informations recueillies à partir des questionnaires distribués aux panels ont été traitées à l'aide du logiciel XLSTAT version 16.5.03 2017, qui constitue un outil complet d'analyse de données et de statistiques. Les fonctionnalités majeures de ce logiciel, exploitées pour interpréter les résultats, englobent le plan d'expérience, la caractérisation des produits, l'analyse en

composantes principales (ACP), la classification ascendante hiérarchique (CAH) et les préférences MAPPING (PREFMAP).

II.9 Analyse statistique

Toutes les données représentent la moyenne de trois essais. Pour le traitement des données une étude statistique a été réalisé en utilisant une analyse de la variance (ANOVA), un test de LSD de Fisher à l'aide d'un logiciel STATISTICA 7.1. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Résultats et discussion

III.1 Optimisation de l'extraction de la pectine

III.1.1 Etude préliminaire

Le rendement en pectine dépend de divers facteurs, tels que le pH, la température, le temps d'extraction, les types d'acide utilisés et la nature des sources de pectine (Abu Sayed et *al.*, 2022 ; Azouzi et *al.*, 2023 ; Mamiru et Gonfa, 2023).

Dans cette partie de travail, plusieurs essais préliminaires ont été effectués. Ces études préliminaires permettent la détermination des niveaux inférieurs et supérieurs des variables du plan expérimentale utilisé afin de sélectionner un intervalle approprié pour l'extraction de pectine pour chaque variable indépendante. Les résultats des analyses préliminaires sont représentés dans le tableau IV.

Tableau IV: Résultats des tests préliminaires

Température C°	Rendement	Temps (min)	Rendement	pH	Rendement
30	1,80±0,046 ^f	30	7,21±1,04 ^d	1	6,31± 0, 23 ^d
40	15,61±0,06 ^c	40	11,50±0,98 ^c	2	17,73±1,43 ^a
60	17,13±0,37 ^b	60	19,09±0,42 ^a	3	10,46±0,95 ^b
80	27,02±0,45 ^a	80	15,52±1,006 ^b	4	9,07±0,23 ^c
90	10,33±0,02 ^d	90	5,12±0,83 ^e	5	2,11±0,03 ^e
100	4,51±0,11 ^e	100	4,1±0,72 ^e	6	1,90±0,2 ^e

Les résultats sont rapportés en moyenne \pm SD. Les mêmes lettres dans la même colonne signifient qu'il n'y a pas de différence significative à ($P > 0,05$).

a) Effet de la température

Les résultats obtenus dans le tableau IV montrent que le rendement en extraction de la pectine varie en fonction de la température. Le rendement le plus élevé a été obtenu avec la température 80°C qui de 27,02% avec une différence significative à $P \leq 0,05$ avec les autres températures appliquées. Le plus faible rendement a été obtenu avec la température 100°C (4,51%).

Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Guizar-Amezcuca et *al.* (2022) qui ont rapporté que le rendement en pectine d'écorces d'oranges était plus important avec la température 80°C.

D'après plusieurs auteurs le rendement en extraction de pectine est fortement influencé par sa température d'isolement (Abu Sayed et *al.*, 2022 ; Azouzi et *al.*, 2023). En effet Abu Sayed et *al.*

(2022) ont révélé que le rendement en pectine d'écorces de mangue augmentait avec l'élévation de la température de 60 à 90°C.

Selon Yang et Zhai (2010), le rendement d'extraction de la pectine augmente lorsque la température augmente en raison de la solubilité et de la diffusion améliorée du solvant dans les tissus végétaux.

A partir des résultats obtenus la gamme choisie de température est 40°C, 60°C et 80°C.

b) Effet du temps d'extraction

Le temps d'extraction a un impact significatif sur le rendement en pectine (Naik et al., 2010 ; Abu Sayed et al., 2022). Les résultats obtenus pour l'influence de temps d'extraction sur l'extraction de pectine d'écores d'oranges sont représentés dans le tableau IV.

Le rendement en extraction de pectine le plus élevé a été obtenu avec le temps 60min (19,09±%) et le plus faible avec le temps 100 min (4,1 ±%) avec une différence significative à $P < 0,05$.

D'après Nawawi et Shehata (1987), une période d'extraction relativement longue ($t > 90$ min) provoquerait un effet de dégradation sur la pectine extraite et influencera sur sa précipitation par un alcool.

Des résultats similaires ont été énoncés par Kulkarni et Vijayanand (2010) qui ont rapporté que le rendement en extraction le plus élevé est obtenu avec le temps 60 min. Cependant d'autres investigations menées par Abu Sayed et al. (2022) ont révélé que le meilleur rendement a été obtenu à 120min.

A partir des résultats obtenus la gamme choisie pour le temps d'extraction de pectine est de 40min, 60 min et 80min.

c) Effet du pH

L'effet de pH sur le rendement en extraction de pectine a été étudié (tableau IV). Le rendement en pectine augmente à mesure que le pH passe de 1,0 à 2,0, cependant, une augmentation supplémentaire du pH réduit le rendement de manière significative ($p < 0,05$). Un rendement de 17,73 % a été observé à un pH de 2,0, le rendement le plus faible a été constaté à un pH de 6 avec 1,90%. ($p < 0,05$), cela montre que le pH est un facteur important dans l'extraction de la pectine. Une observation similaire a été rapportée par Lee et Choo. (2020), où un pH plus élevé réduisait considérablement le rendement ainsi que la qualité de la pectine extraite. L'un des paramètres les plus cruciaux dans le processus d'extraction de la pectine est le pH (Kanase et al., 2018 ; Naik et al., 2019). Un pH faible peut favoriser une rupture rapide des liaisons hydrogène et des liaisons

esters entre la pectine et la paroi cellulaire, ce qui augmente le taux de diffusion de la pectine et l'extraction de la pectine (Abu Sayed et *al.*, 2022 ; Mamiru et Gonfa, 2023).

A partir des résultats obtenus la gamme choisie est 2, 3 et 4 pour l'optimisation.

III.1.2 Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

La Réponse de méthodologie de surface (RSM) est plus efficace que l'optimisation traditionnelle à un seul paramètre car elle réduit le nombre d'expériences et fait gagner du temps. Le plan CCD central composite design réalisé sur 20 expériences, a été choisi pour optimiser les conditions d'extraction de la pectine à partir des écorces d'orange et établir la corrélation entre les variables d'entrée, à savoir : X_1 -Temperature d'extraction ($^{\circ}\text{C}$), X_2 -temps d'extraction (min) et X_3 -pH et la variable de sortie : Y (%) - Rendement d'extraction de la pectine.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V. Le rendement d'extraction de la pectine variait de 3,37 à 30,64%. Après qu'un modèle polynomial quadratique a été ajusté à chaque réponse, son optimisation simultanée a été effectuée en utilisant la technique de régression linéaire. Le logiciel JMP a été utilisé pour analyser les données et tracer les graphiques du rendement en pectine.

Tableau V: Plan expériences de CCD avec des valeurs expérimentale et prédites pour Rendement en pectine.

Variables dépendantes	Variables indépendantes		
	Niveau (-1)	Niveau (0)	Niveau (+1)
X_1 Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	40	60	80
X_2 -temps d'extraction (mn)	30	60	90
X_3 -Ph	2	3	4

Tableau VI : Valeurs expérimentale et prédites pour Rendement en pectine.

points	Variables indépendantes			Valeur expérimentale pectine Y%	Valeur prévue Y%
	(A)	(B)	(C)		
1	80	90	2	26,72	27,247022727
2	80	30	4	15,72	16,681022727
3	60	60	3	11,38	12,361727273
4	40	60	3	7,92	6,8709090909
5	60	60	3	12,14	12,361727273
6	60	60	3	11,68	12,361727273
7	60	30	3	8,85	7,8929090909
8	80	30	2	28,95	28,973022727
9	60	60	3	12,14	12,361727273
10	60	60	3	12,5	12,361727273
11	40	90	2	18,21	19,279022727
12	60	60	4	12,35	12,318909091
13	60	60	3	11,89	12,361727273
14	40	30	4	3,37	-2,126977273
15	80	60	3	21,33	20,258909091
16	60	60	2	25,62	24,530909091
17	60	90	3	10,83	11,666909091
18	40	90	4	6,14	7,1470227273
19	80	90	4	23,5	22,060022727
20	40	30	2	17,64	17,110022727

L'analyse de la variance pour les résultats expérimentaux est représentée dans le tableau VII.

Tableau VII : Résultats d'ANOVA pour les données expérimentales.

Source	Sum of squares	of	Mean Square	F-value	p-value
Model	959,87	9	106,65	50,97	< 0.0001

X₁ Temperature	396,14	1	396,14	189,33	< 0.0001
X₂ Time	11,82	1	11,82	5,65	0,0389
X₃ -Ph	314,27	1	314,27	150,20	< 0.0001
X₁X₂	0,6105	1	0,6105	0,2918	0,6009
X₁X₃	12,23	1	12,23	5,84	0,0362
X₂X₃	18,64	1	18,64	8,91	0,0137
X₁²	11,76	1	11,76	5,62	0,0392
X₂²	20,30	1	20,30	9,70	0,0110
X₃²	113,63	1	113,63	54,31	< 0.0001
Residual	20,92	10	2,09		
Cor Total 980,80		19			
		R² 0,9787			
		Adjusted R² 0,9595			
		Predicted R² 0,7692			

Le tableau VII montre les résultats de la variance du modèle quadratique. Les valeurs de F et de Prob > F ont révélé des modèles significatifs. L'analyse de la variance est une analyse qui a été utilisée pour décrire la signification de la surface de réponse à un intervalle de confiance de 95%. Les modèles et les termes du modèle ne sont considérés significatifs que lorsque la valeur de (Prob > F) est < 0,05 et que la condition est le test statistique de Fisher (test F). L'ANOVA a évalué l'ajustement significatif du modèle quadratique pour le rendement en pectine. Le tableau XII indique également que la valeur F (50,97) et le « Prob.> La valeur F" du modèle était inférieure à 0,05, ce qui explique que le modèle est significatif.

Sur la base des résultats obtenus, la valeur du coefficient de détermination (R^2) est de 0,9787, ce qui est raisonnablement proche de 1, donc acceptable. Cette valeur R^2 implique qu'environ 99,25 % des résultats expérimentaux pourraient être expliqués par le modèle ajusté sur la gamme de facteurs testés. Le R^2 prédit (0,7692) était en accord raisonnable avec le R^2 ajusté (0,9595). La valeur R^2 ajustée est particulièrement utile lors de la comparaison de modèles avec un nombre différent de termes.

L'équation (2) quadratique complète a été utilisée pour corrélérer les paramètres indépendants avec la masse finale de cellulose. Le modèle mathématique de la masse (Y) pour prédire les relations entre les variables indépendantes et la variable dépendante peuvent être exprimés par :

$$Y\% = 11,91 + 6,29 * X1 + 1,09 * X2 - 5,61 * X3 + 0,2763 * X1X2 + 1,24 * X1X3 + 1,53 * X2X3 + 2,07 * X1^2 - 2,72 * X2^2 + 6,43 * X3^2 \quad \text{Equation (2)}$$

Les résultats de l'ANOVA ont démontré que les équations exprimaient de manière adéquate la relation réelle entre chacune des réponses et les facteurs pertinents. Par conséquent, le terme du modèle linéaire de la température, le temps et le pH avaient un effet significatif ($p < 0,05$) sur le rendement en pectine (Y%). En outre, les termes quadratiques (X_1X_3 et X_2X_3) pour la réponse Y% ont également montré un effet significatif ($p < 0,05$) sur le modèle.

Le rendement est un paramètre important dans la valorisation des déchets. Les résultats en pectine extraite à partir de 1g de poudre d'écorces d'orange variaient de 3,37 à 28,95%. La température et le temps présentaient une influence positive sur cette propriété tant que le pH présentait une influence négative. Les valeurs les plus élevées (Y%) ont été enregistrées lorsque les écorces ont été solubilisées dans de l'eau à une température élevée (80°C) avec un pH faible.

Afin d'étudier la relation entre les variables de processus et les variables de réponse à

Partir des équations du modèle mathématique développé, des surfaces de réponses 3D ont été établies entre deux variables indépendantes tout en gardant la 3ème variable constante. Les Courbes de la (figure 20) représentent les surfaces de réponse observées pour chaque variable analysée avec les valeurs des autres variables fixées.

Les figures (20 a) et (20 b) montrent l'effet interactif de la Température et le pH, le temps et pH sur le rendement en pectine. Les surfaces de réponses de la figure (21 a) montrent qu'une augmentation de la température et une diminution du pH provoque une augmentation du rendement en pectine. Le rendement en pectine augmente avec le temps de chauffage au début de l'extraction. Cela est probablement dû au fait de fournir plus de temps de réaction, augmentant ainsi le transfert de masse de pectine des particules vers la solution (Maran et Priya, 2014).

La figure (21 b) montre l'effet interactif du temps d'extraction et du pH de la solution sur le rendement. Une augmentation du temps et une diminution du pH engendrent une augmentation du rendement en extraction de pectine Y%. Le pH est considéré comme l'un des paramètres les plus cruciaux affectant la quantité et les propriétés de la pectine extraite (Abu Sayed et al., 2022 ;). Un pH plus bas augmente la concentration de H^+ dans le milieu et stimule l'hydrolyse de la protopectine et supprime les groupes carboxylates hautement hydratés, conduisant à un rendement

en pectine plus élevé (Abu Sayed et al., 2022 ; Mamiru et Gonfa, 2023). Cette observation concorde avec des travaux antérieurs sur l'extraction de pectine à partir de marc de pomme par Garna et al. (2007) et de pulpe de betterave à sucre par Mesbahi et al. (2005), où le rendement augmentait avec la force acide croissante.

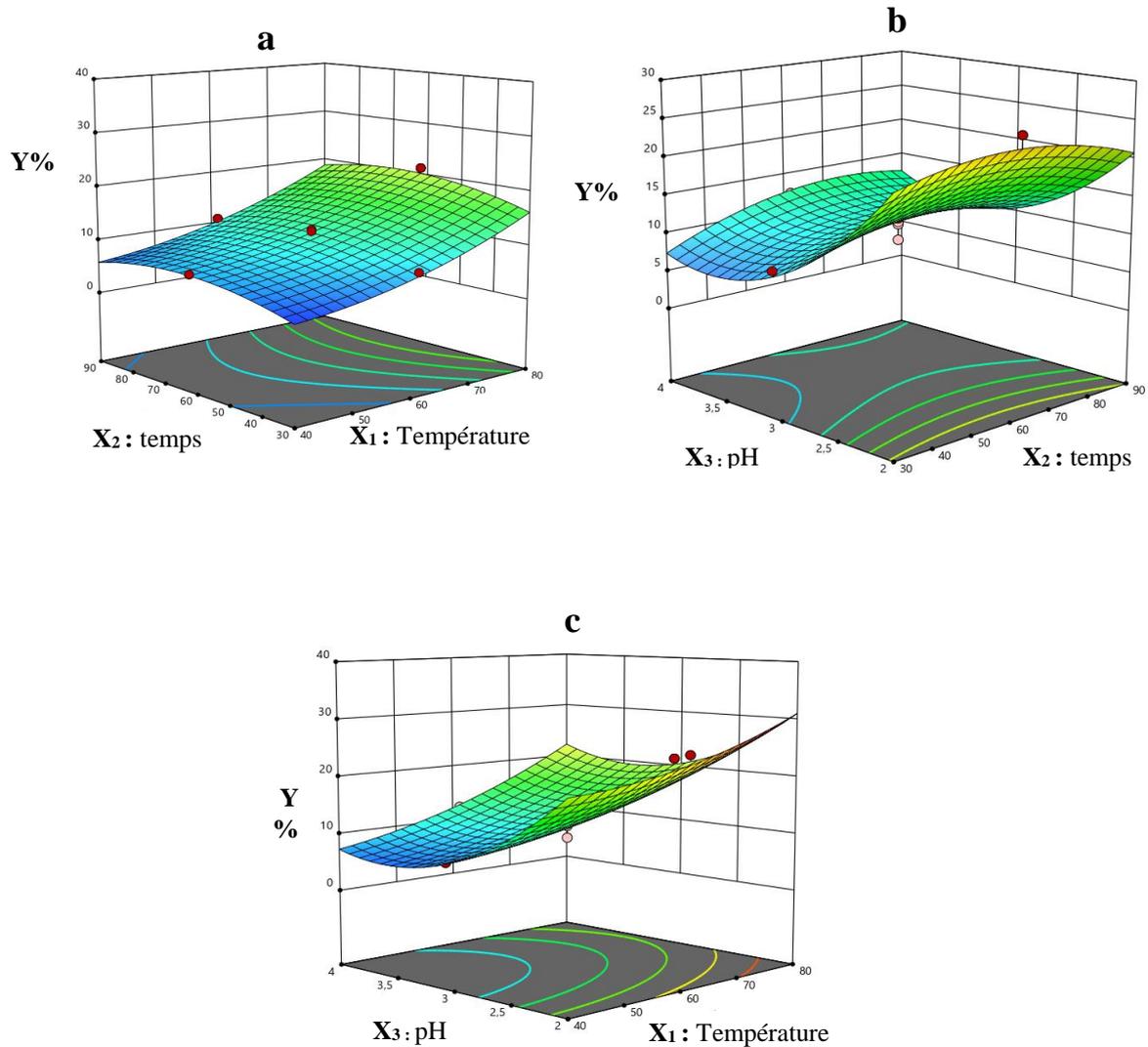


Figure 20 : Surfaces de Réponses tridimensionnelles (3D)

III.1.3 Validation du model

Les conditions optimales déterminées étaient : une température de 80°C, un temps d'extraction de 60 min un pH de 2. Pour valider ces valeurs par rapport aux résultats pratiques, une nouvelle vérification expérimentale a été réalisée sous les mêmes conditions optimales, donnant une valeur

moyenne de $(29,67 \pm 1,15 \%)$. La correspondance étroite entre les valeurs prédites et expérimentales confirme la validité du modèle de RSM (Réponse de Surface Méthodologie).

III.2 Analyses physico-chimiques

II.2.1 Détermination des caractéristiques physiques

II.2.1.1 pH

Une détermination de certains paramètres physiques a été réalisée

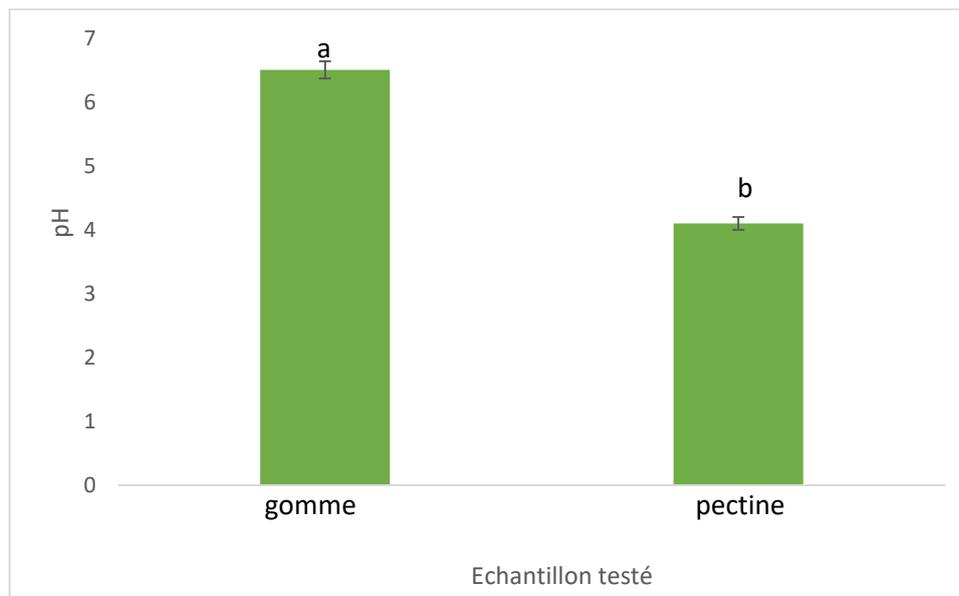


Figure 21 : valeurs de pH (gomme et pectine)

La valeur du pH est une expression de l'activité des ions hydrogène et plus la valeur du pH est faible, plus l'acidité de l'environnement augmente (Batlle et Tous, 1997 ; Kivrak et *al.*, 2015).

Les barres verticales représentent les écarts types ; les lettres représentent les différences significatives à $P < 0,05$.

Les résultats obtenus (figure 21) de la détermination de pH indiquent une différence significative à $P < 0,05$ entre la pectine et la gomme. Elle est de $4,11 \pm 0,04^a$ pour la pectine et $6,51 \pm 0,14^b$ pour la gomme. Le résultat de la gomme est proche de celui obtenu par Kivrak et *al.* (2015) qui est de 6,52 et celui révélé par Mekhoukhe et *al.* (2021). Plusieurs investigations rapportent que les pectines sont plus stables à pH acide est proche à 4 et se dégrade rapidement à pH alcalin à température ambiante (Noreen et *al.*, 2017 ; Shingal et *al.*, 2022).

II.2.1.2 Taux de Brix

Le °Brix mesure le poids en gramme de matière sèche contenue dans 100 g de produit (Smati et *al.*, 2017)

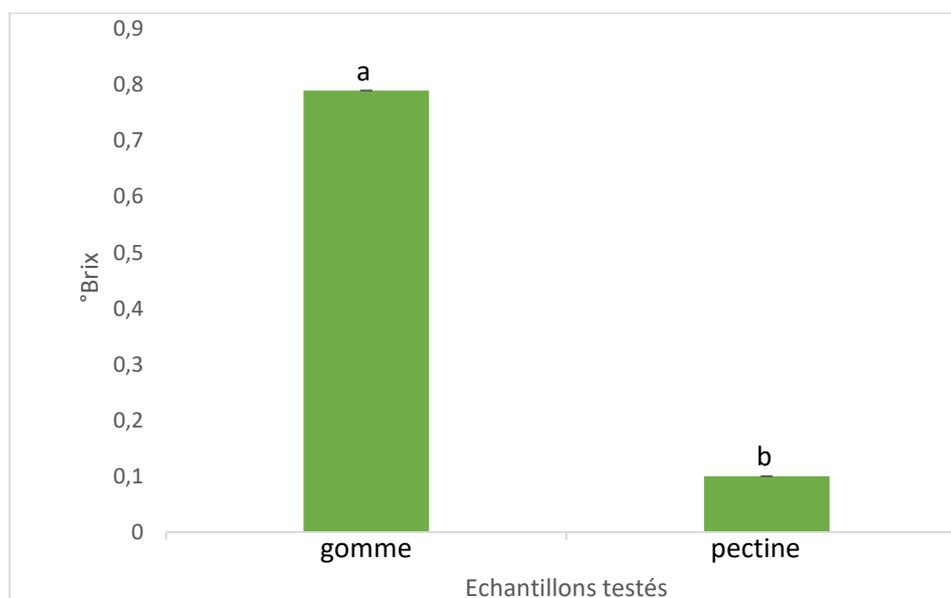


Figure 22 : valeurs de degré Brix (gomme et pectine).

Les résultats obtenus (figure 22) de la détermination de Brix indiquent une différence significative à $P < 0,05$ entre la pectine et la gomme. Le °Brix de la gomme est plus élevé $0,79 \pm 0,015^a$ que celui de la pectine qui de $0,1 \pm 0,01^b$.

Les données pour gomme sont similaires avec ceux énoncés par Kivrak et *al.* (2015) 0,73-0,57%. Ainsi que ceux apporté par Mekhoukhe et *al.* (2021) avec 0,71%.

Les résultats obtenus pour la pectine sont proches avec ceux révélés par Laborde et *al.* (2020) qui ont travaillé avec de pectine de raisins rose et rouge (0,16- 0,18).

Ces fluctuations sont probablement tributaires au type de matière première, conditions climatiques et géographiques mais également la méthode d'extraction.

III.2.2 Détermination des caractéristiques chimique

La composition chimique diffère d'un pays à un autre, d'une région à une autre et cela dépend de plusieurs facteurs à l'instar les cultivars, facteur climatique, le temps de récolte (**El Batel et al., 2016 ; Rodriguez – Solana et al., 2021 ; Ikram et al., 2023**).

Les résultats des analyses physico-chimiques réalisés pour la mélasse de caroube sont résumés dans le tableau VIII

Tableau VIII : Analyses des propriétés physico- chimique de la gomme et pectine (* : % ; ** : g/100)

Matrices	Humidité *	Cendre *	Sucre**	Lipides**	Protéines**
Gomme	$10,16 \pm 0,14^a$	$0,173 \pm 0,025^b$	$76,24 \pm 2,05^a$	$0,23 \pm 0,06^b$	$0,6 \pm 0,03^b$
Pectine	$11,15 \pm 0,64^a$	$4,19 \pm 1,025^a$	$62,64 \pm 2,11^b$	$0,82 \pm 0,067^a$	$1,70 \pm 0,075^a$

(* : % ; ** : g/100)

III.2.2.1 Détermination du taux d'humidité

Ce paramètre nous renseigne sur la présence de l'eau dans les échantillons. D'après les résultats (tableau VIII) on ne constate que le taux d'humidité dans la pectine est plus élevé $11.15 \pm 0,64$ par rapport à la gomme qui est de $10.16 \pm 0,14$

Ce paramètre nous renseigne sur la présence de l'eau au niveau de la gomme et la pectine. D'après les résultats (tableau VIII) on ne constate que le taux d'humidité dans la pectine et la gomme ne présente aucune différence significative à $P < 0,05$. Le résultat de la gomme est similaire à celui énoncé par Mekhoukhe et *al.* (2021) qui est 8,66. Les données obtenus pour la pectine sont en accord avec ceux rapportés par Erbay et Icier (2009) 8% mais largement plus faible par rapport à ceux révélés par Guzel et Akipnar (2019) qui ont travaillé sur une panoplie de pectines extraites d'écorces de fruits (4,67- 14,81%).

III.2.2.2 Détermination de la teneur en cendres

Au vu des résultats du tableau (VIII), on constate que la teneur en cendres des deux échantillons testés est significativement différente à $P < 0,05$ avec $4,19 \pm 1,025^a$ dans la pectine et $0,173 \pm 0,025^b$ dans la gomme de caroube. Ces données concordent avec celles énoncées par Kivrak et *al.* (2014) dans des gommages de caroubes turque avec 0,84%, alors qu'elle est plus élevée par rapport à celle rapporté par Frahnaky et *al.* (2014) au niveau de la gomme de caroube d'Iran ainsi que celui énoncé par Gillet et *al.* (2014) dans la gomme de caroube de France qui sont 0,58 et 0,31% mais moins importante par rapport à celle de Dakia et *al.* (2017) qui est de 1,02%.

Des études antérieures ont montré que la teneur en cendres des pectines variait selon les matières végétales et les méthodes d'extraction (Guzel et Akpinar, 2019).

Il a été signalé que la teneur en cendres a été déterminé entre 3,26 % pour les pectines de marc d'oranges (Aline de Moura et *al.*, 2017), 3,14-4,75 % pour la pectine de Baie de Kiwi (Liu et *al.*, 2024). Étant donné qu'une faible teneur en cendres est un critère important pour la pureté de la pectine (Guzel et Akpinar, 2019). D'après ces résultats, on peut affirmer que la pectine et la gomme obtenues dans cette étude ont une grande pureté.

III.2.3 Détermination de teneur en sucre totaux

La quantité en sucres totaux a été estimée en utilisant la méthode du phénol/acide sulfurique. Les résultats obtenus (tableau VIII) indiquent que la gomme de caroube possède la teneur la plus élevée en sucres totaux, atteignant $76,24 \pm 2,05^a$ g/100g en comparaison avec la pectine qui présente une teneur de $62,64 \pm 2,11^b$ g/100g. l'étude statistique montre une différence significative entre les deux échantillons à $P < 0,05$.

Le résultat de la gomme est beaucoup plus élevé par rapport à celui restitué par Kivrak et al. (2013) qui est de 1,74g/100g et par Mekhoukhe et al. (2021) qui est de 16,57 g/100 Cette fluctuation est probablement tributaire d'après Gubbuk et al. (2010) à la nature des graines utilisées dans ce travail qui est liée aux facteurs génétiques.

Mamriu et Gonfa (2023) ont révélé que la pectine d'écorce de pastèque contient une teneur de 58% de sucres totaux, une autre investigation réalisée par Liu et al. (2024) qui ont travaillé sur la pectine des baies de kiwi révèle la présence de 71,64-78,23 % de sucres totaux.

Ces variations pourraient être liées aux types d'espèces végétales utilisées pour l'extraction, la méthode d'extraction (Aline de Moura et al., 2017 ; Rodríguez Solana et al. 2021).

III.2.4 Détermination des lipides

Les données obtenus (tableau VIII) indique que la teneur en lipides des deux échantillons testés est significativement différente à $P < 0,05$ avec $0,23 \pm 0,06^{ba}$ dans la gomme et dans la pectine $0,82 \pm 0,025^a$.

Les données de gomme de caroube sont plus faibles que celles rapportées par Mekhoukhe et al. (2021), qui ont trouvé une teneur en lipides de 0,84 g/100 g.

Concernant la pectine, les valeurs obtenues dans cette étude sont plus faibles que celles énoncées par Mamiru et Gonfa (2023) à partir de pectine d'écorces de pastèque (2,3%) En revanche Aline de Moura et al. (2017) ont révélé que la teneur en lipides des pectines extraites à partir de certains sous-produits (0,51-1,38 %).

III.2.5 Détermination des protéines

La teneur obtenue en protéines (tableau VIII) présente une différence significative à $P < 0,05$ entre la gomme de caroube et la pectine $0,60 \text{ g/100} \pm 0,03^a$ g/100g ; $1,70 \text{ g/100} \pm 0,0075^b$ respectivement. Les données obtenues dans la gomme de caroube sont proches avec ceux restitués par Mekhoukhe et al. (2021) avec 0,84g/100g mais moins importante que celles rapportées de Lopez Da Silva et al. (1990) qui est de 0,92%, et celles de Dakia et al. (2008) qui est 1,5%. Concernant la pectine, ces résultats sont plus faibles par rapport avec ceux révélés par Mamiru et Gonfa (2023) dans la pectine

de l'écorce de pastèque (11,17%), et Aline de Amoura *et al.* (2017) dans la pectine de certains sous-produits agro industriels (4,28-11,84%).

III.3 Analyse phytochimique

III.3.1 Détermination du polyphénol

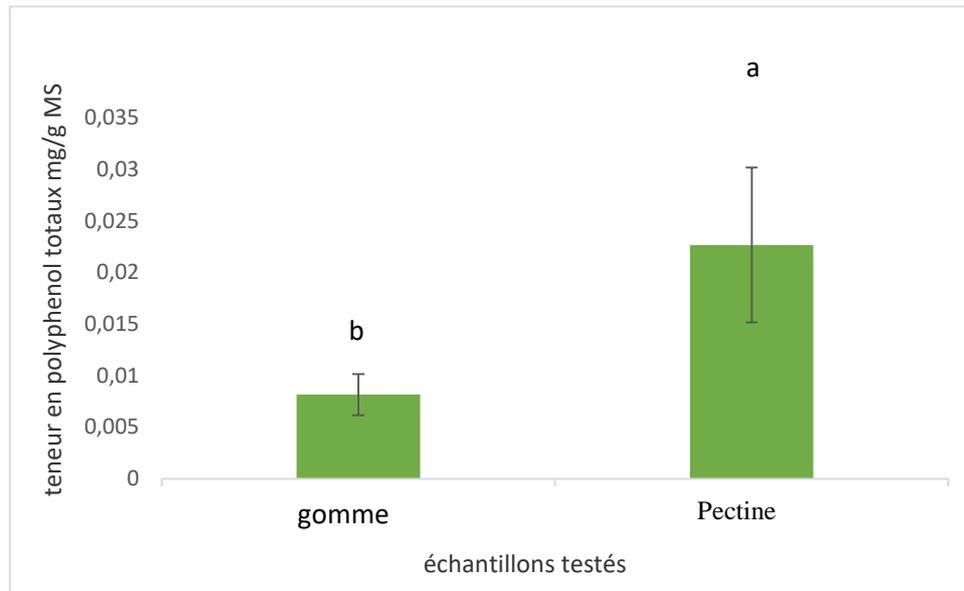


Figure 23 :teneur en polyphénols de la pectine et la gomme

Concernant les résultats obtenus dans cette présente investigation pour la pectine ils sont inférieurs avec ceux rapportés par Kammoun *et al.* (2011) qui ont travaillé avec la pectine de l'orange Maltaise ($1,130 \pm 0,040$ g/100g). Kpodo *et al.* (2023) ont révélé des teneurs des teneurs entre 6,6 à 8,7 mg/g dans la pectine de melon. Aucune donnée n'est disponible sur la teneur en polyphénols dans la gomme de caroube.

III.4 Evaluation de l'Activité antioxydante

Dans le but d'évaluer l'activité antioxydant de la gomme de caroube et de la pectine des écorces d'orange, 2 tests ont été réalisés : pouvoir de piégeage du radical DPPH et pouvoir réducteur.

III.4.1 Test piégeage du radical DPPH

L'activité antioxydante des radicaux libres DPPH a été largement utilisée pour déterminer l'activité antioxydante de différentes matrices (Oliveira et al., 2007 ;Oliveira et al., 2008).

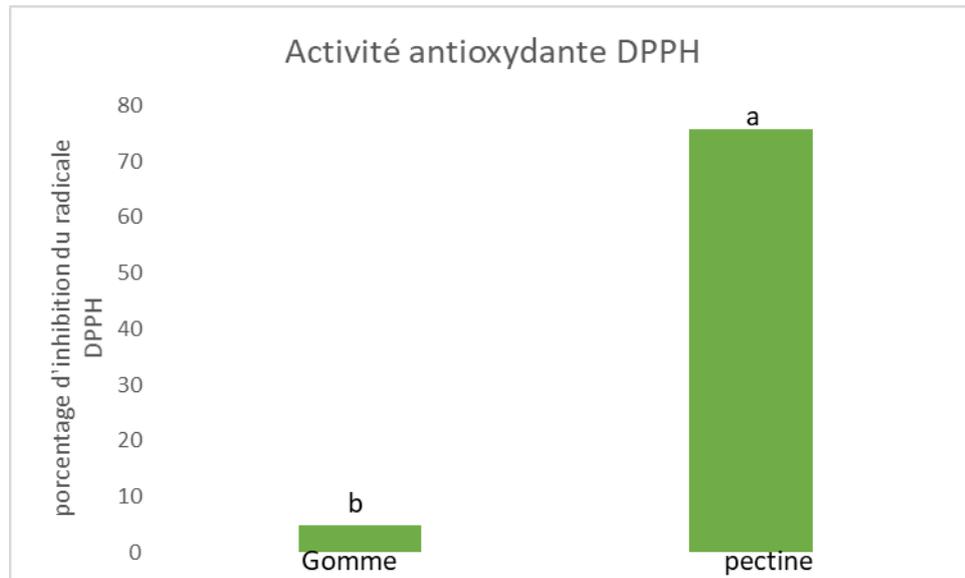


Figure 24: activité antioxydante DPPH de la gomme et la pectine

Les barres verticales représentent les écarts types ; les lettres représentent les différences significatives à $P < 0,05$.

Les résultats obtenus pour la gomme de caroube sont plus faibles par rapport à ceux rapportés par Hamdani et Wani (2017) qui ont travaillé avec la gomme brute Indienne (12.31%). En revanche les résultats pour la pectine sont largement plus élevés par rapport à ceux révélés par Kpodo et al. (2023) avec 50%.

Les matrices végétales présentent une hétérogénéité dans le potentiel antioxydant et la composition en TPC en fonction de facteurs tels que le type de végétal, la source, la variété, la partie du fruit, le stade de maturité et le stockage. Différents fruits présentent des différences dans leur capacité à piéger les radicaux libres, ce qui est attribuable aux variations de la composition des composés antioxydants et à l'interaction des constituants antioxydants avec d'autres composants du fruit (Nanjo et al. 1996 ; Huang et al. 2005 ; Kpodo et al., 2023).

III.4.2 Pouvoir réducteur

La capacité réductrice d'un composé peut servir d'indicateur significatif de son activité antioxydante. Les résultats de l'activité réductrice des plantes étudiées (figure 26). Nous constatons que les échantillons testés présentent une activité réductrice, cette capacité est proportionnelle à l'augmentation de la concentration, plus la concentration augmente plus la capacité réductrice augmente.

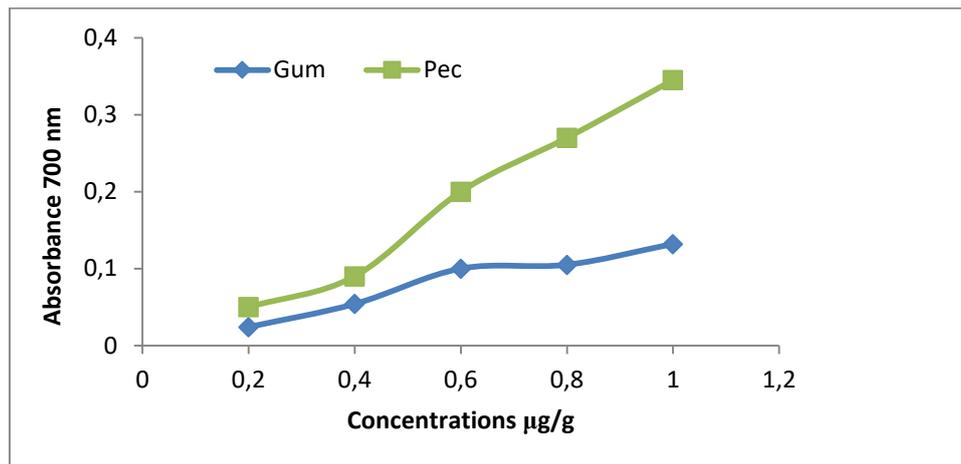


Figure 25 : Pouvoir réducteur de l'extrait de pectine et de gomme

Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Zheng et *al.* (2011), qui ont observé que le pouvoir réducteur de l'extrait d'écorce de grenade augmente de manière linéaire avec la concentration. Une autre investigation réalisée par Hamdani et Wani (2017) rapporte que la capacité réductrice de la gomme de caroube augmentait avec l'augmentation des concentrations.

III.5 Evaluation de la cytotoxicité

Les globules rouges sont l'un des modèles les plus utilisés pour l'étude de la toxicité invitro (Pagano et al., 2015 ; Abbou et al., 2019). Le test d'hémolyse a été évalué parce que, même si une substance possède un pouvoir antioxydant puissant et de propriétés alléchantes, son utilisation dans les préparations pharmacologiques et alimentaires sera impossible en présence de leur effet hémolytique, qui est un indicateur de cytotoxicité (Haddouchi et al., 2016). Les résultats de l'activité cytotoxique de la pectine et la gomme sont présentés dans la (figure 26).

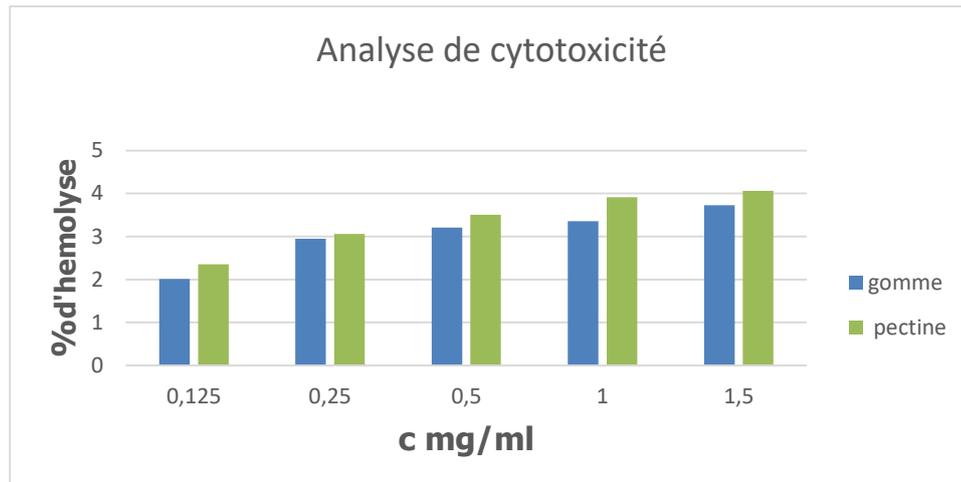


Figure 26 : Activité cytotoxique de la gomme et de la pectine

D'après la figure 26, nous remarquons que les pourcentages d'effet hémolytique sont directement proportionnels à l'augmentation des concentrations des échantillons.

Après 60 min et pour toutes les concentrations testées, que ce soit pour la gomme ou pour la pectine les pourcentages d'hémolyse sont compris entre 2 à 3 %, pour la gomme et 2 à 3,7% pour la pectine cela implique que la gomme et la pectine ne présentent aucune toxicité même à des concentrations élevées (1,5 mg/mL).

À notre connaissance, aucune donnée n'a été publiée concernant l'effet hémolytique de la gomme de caroube ni de la pectine.

III.6 analyse rhéologique

III.6.1. Analyse de la stabilité de viscosité

La viscosité est un paramètre important de la qualité de la plupart des produits. C'est une grandeur physique qui exprime la capacité d'un corps à s'opposer au cisaillement (Gorlier et Germain, 1998). Elle peut être influencée par la température mais également par le gradient de vitesse, la force de cisaillement ainsi que le temps (Deuel et Neukom, 1954 ; Barak et Mugdil, 2014).

La stabilité (en termes de viscosité et de force du gel) des solutions et gels joue potentiellement un rôle important dans leur comportement et leurs propriétés fonctionnelles dans une large gamme d'applications et, par conséquent, tout changement au fil du temps doit être compris (Morris et *al.*,

2010 ; Pacheco et *al.*, 2019). Dans cette partie un suivi de la stabilité de viscosité de trois solutions a été réalisé (solution de gomme de caroube, solution de pectine et solution de mélange de pectine et de gomme de caroube).

La (figure 28) illustre les résultats obtenus du suivi de la stabilité de la viscosité des solutions préparées au cours du temps. Pour la solution gomme : La viscosité augmente fortement des J1 atteignant environ 160 cP, puis elle se stabilise autour de 160-200 cP à partir de J2 jusqu'à J8. Quant à la solution pectine, la viscosité est très faible dès J1 (25 cP) et chute brusquement au cours de la première journée pour avoisiner 0 puis reste proche de 1 à 5 cP pour le reste de la période d'analyse. Et enfin la solution mixture sa viscosité reste constamment proche de 5 à 7 cP tout au long de la période de suivi. Donc on peut déduire que la viscosité la plus stable et la plus importante au cours du temps est obtenue avec la solution de la gomme de caroube

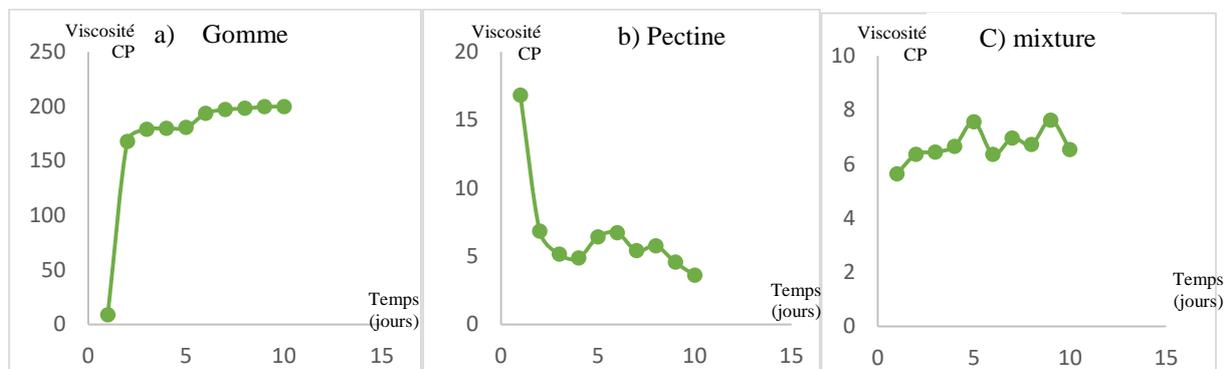


Figure 27: suivi de la viscosité en fonction du temps

La gomme de caroube seule ne forme jamais un gel mais elle peut former des solutions stables très visqueuses à des concentrations très faibles (<1%) grâce à ses fortes capacités de rétention d'eau (Pollard, 2006 ; Dakia et *al.*, 2008).

III.7 Valorisation de la gomme de caroube et de la pectine des écorces d'orange

Dans cette phase, une expérimentation de formulation de boisson lactée incorporant de la gomme de graine de caroube et de la pectine d'écorce d'orange au niveau du laboratoire de recherche du complexe CANDIA. Des analyses physico-chimiques, rhéologiques et sensorielles ont été effectuées sur les produits formulés.

III.7.1 Analyses physico-chimiques et rhéologiques de boissons lactées

Les données des analyses physico-chimiques des produits finis, telles que le Brix, le pH, la densité, l'acidité, et d'autres paramètres, sont consignées dans le tableau ci-dessous :

Tableau IX : Résultats des analyses physicochimiques et rhéologiques des jus lactés

Boissons lactées Paramètres	Boissons lactées à Bas de gomme	Boissons lactées à Bas de pectine	Boissons lactées à Bas de gomme et pectine	Normes de L'entreprise
Brix %	10,58 ±0.03	10.72±0.02	10,77 ±0.03	10.40 -10.80
Ph	3.78±0.04	3.60±0.01	3.82±0.02	3.50 – 4
Acidité g/l	3.32±0.03	4.28±0.02	3.26 ±0.01	3.10 - 4.50
Densité	1.028±0.05	1.030±0.03	1.035±0.02	0.5 -1.50
Viscosité (CP)	9.24±0.1	12.58±0.02	14.08±0.01	8.80 -15.50

Le degré de Brix mesure le poids en gramme de matière sèche soluble (le sucre dans les fruits) contenue dans 100 g de produit (Smati et *al.*, 2017)

Les résultats obtenus montrent que les boissons lactées contenant de la gomme de caroube, de la pectine d'écorces d'orange ainsi que le mélange présentent un degré Brix non variable, il est entre 10,58 % et 10,77 %. Ces valeurs sont en accord avec les standards définis par l'unité CANDIA.

D'après les résultats présentés le tableau relatif aux analyses physicochimiques des produits formulés on remarque que les boissons lactées ne présentent pas de différences dans leurs valeurs de pH. Il varie entre 3,6 – 3,82. Ces valeurs sont conformes avec celles établies par l'entreprise.

Le pH est un paramètre dynamique qui change constamment au cours du traitement du lait, que ce soit en raison de la température, de la pression, de la teneur en matière sèche/élimination de l'eau ou de l'activité microbienne (Aydogdu et *al.*, 2023). Les données obtenues montrent qu'avec l'adjonction (ajout de gomme, la pectine ou le mélange), les valeurs de pH des boissons lactées élaborées ne sont pas affectées.

Ces résultats sont légèrement différents avec ceux rapportés par Elamshity et Alhamdan (2024) dans une boisson lactée aromatisée de datte (4,9).

L'acidité titrable est exprimée en pourcentage d'acide lactique présent dans les échantillons de boissons lactées élaborées. Concernant les résultats obtenus, le (tableau IX) montre que la boisson

lactée à base de pectine d'écorces d'oranges présente une acidité légèrement supérieure ($4.28 \pm 0,02$) par rapport à celle élaborée avec la gomme de caroube ($3.32 \pm 0,03$) et à la boisson résultant du mélange ($3.26 \pm 0,01$). Ces valeurs sont conformes aux normes préétablies pour ces produits par l'unité CANDIA.

Les résultats obtenus de la détermination de la densité des trois préparations lactées montrent une variation légère elle est entre 1,028 à 1,035. Ces valeurs sont conformes aux normes préétablies pour ces produits par l'unité CANDIA.

La composition du lait affecte les attributs physiques tels que la densité et, par conséquent, la base des calculs poids-volume dans l'industrie de transformation laitière. Les changements de densité sont étroitement liés à la teneur en matières solides non grasses et à la teneur en matières grasses du lait (Parmar et *al.*, 2020). Dans cette étude l'ajout de la pectine et de la gomme n'ont pas eu d'effet sur la densité du produit laitier élaboré.

Pour ce qui est de la viscosité, les résultats du (tableau IX) indiquent que le produit préparé avec le mélange pectine et gomme de caroube présente la viscosité la plus élevée ($14,08 \pm 0,01$) suivi par celui produit par la pectine ($12,58 \pm 0,02$) et enfin par celui formulé par la gomme de caroube ($9,24 \pm 0,1$).

La principale raison derrière l'utilisation abondante des hydrocolloïdes dans les aliments est leur capacité à modifier la rhéologie du système alimentaire (Saha et Bhattacharya, 2010). La gomme de caroube, est un hydrocolloïde naturel, qui a été utilisé seule ou en combinaison avec d'autres polymères dans de nombreuses applications industrielles en raison de sa capacité à améliorer la viscosité à des concentrations relativement faibles ($\leq 0,02$ %) pour stabiliser les émulsions (Benkovic et *al.*, 2019). Le choix de la pectine dépend du produit recherché comme les confitures, gelées et jus de fruits. La pectine extraite des agrumes et des pommes est utilisée en raison de ses propriétés gélifiantes, tandis que la pectine provenant d'autres tissus végétaux comme la betterave sucrière et le gombo est préférée pour ses capacités émulsifiantes (Schmidt et *al.*, 2015 ; Roman-Benn et *al.*, 2023).

III.7.2 Analyse sensorielle

Cette section est consacrée à l'évaluation sensorielle des 4 échantillons de boissons lactée formulés.

III.7.2.1 Plan d'expérience

Le but principal de ce test est de développer un plan d'expérience optimal, voire quasi-optimal, pour mener des expériences visant à modéliser les préférences d'un groupe de consommateurs ou d'experts concernant divers produits (**Perinel et Pages, 2004**).

Une fois les données brutes des jurys experts sont rapportées sur le logiciel, la procédure de génération d'un plan d'expériences est lancée. Les résultats sont donnés dans le tableau X.

Tableau X : Evaluation de plan d'expérience

A- Efficacité	1,000
D-Efficacité	1,000

Après la génération du plan d'expérience pour l'analyse sensorielle, les valeurs des deux critères A- Efficacité et D- Efficacité sont affichées, cela implique qu'un plan optimal pour les résultats des membres de jury expert a été trouvé.

Les données obtenues sont acceptables et le plan d'expériences est résolvable ; ce qui nous permet d'effectuer les autres tests pour les échantillons produit avec le logiciel XLSTAT-MX à savoir : caractérisation des produits, et analyse proustienne généralisée et cartographie externe des préférences.

III.7.2.2 Caractérisation des produits

Ce test vise à caractériser rapidement les échantillons en fonction des préférences des juges. L'objectif est donc d'identifier les descripteurs qui permettent de mieux discriminer les produits et de déterminer les caractéristiques importantes de ces derniers dans le contexte de l'analyse sensorielle (**Husson *et al.*, 2009**).

III.7.2.3 Pouvoir discriminant par descripteur

Ce test permet de classer les descripteurs selon leurs pouvoirs discriminant sur les produits, du plus fort au plus faible.

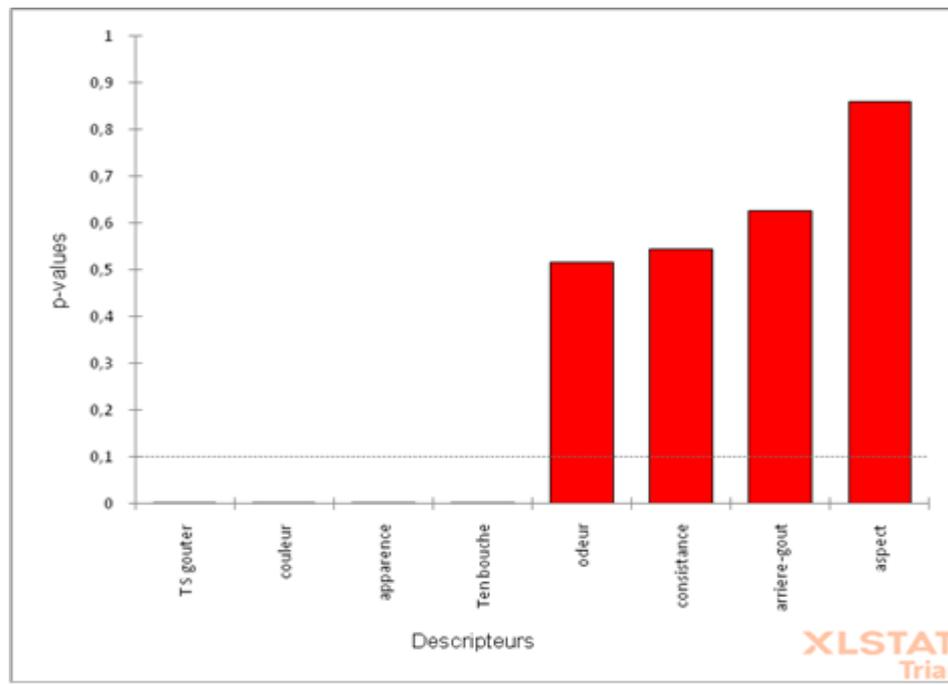


Figure 28 : Pouvoir discriminant par descripteur

Les résultats illustrés dans la (Figure28) rassemblent les descripteurs ordonnés du plus discriminant au moins discriminant sur les différents échantillons de jus lacté produit

D'après la figure on note que la texture en bouche, la couleur, l'apparence, la texture sans gouter sont les descripteurs les plus discriminants. C'est à dire que les experts ont constatés des différences entre les caractéristiques des échantillons. En revanche, concernant les descripteurs restants à l'instar l'arrière-gout, l'odeur et la consistance présentent un pouvoir discriminant faible, sachant que le descripteur aspect est celui qui détient le pouvoir discriminant le plus faible. Donc, on déduit que les experts n'ont pas constatés des divergences entre les descripteurs des échantillons. Les p-values associées montrent toutes un effet significatif du descripteur (figure28). D'une manière générale on déduit que les 4 échantillons de boissons lactée ont des descripteurs différents qui les distinguent les uns par rapport aux autres.

III.7.2.4 Coefficients des modèles

Ce test permet d'afficher, pour chaque descripteur et pour chaque produit, les coefficients du modèle sélectionné. Les résultats sont regroupés dans la (figure 29). Les résultats illustrés dans la (figure30) permettent de définir l'appréciation ou le non appréciation des descripteurs des échantillons de boissons lactée par les jurys experts.

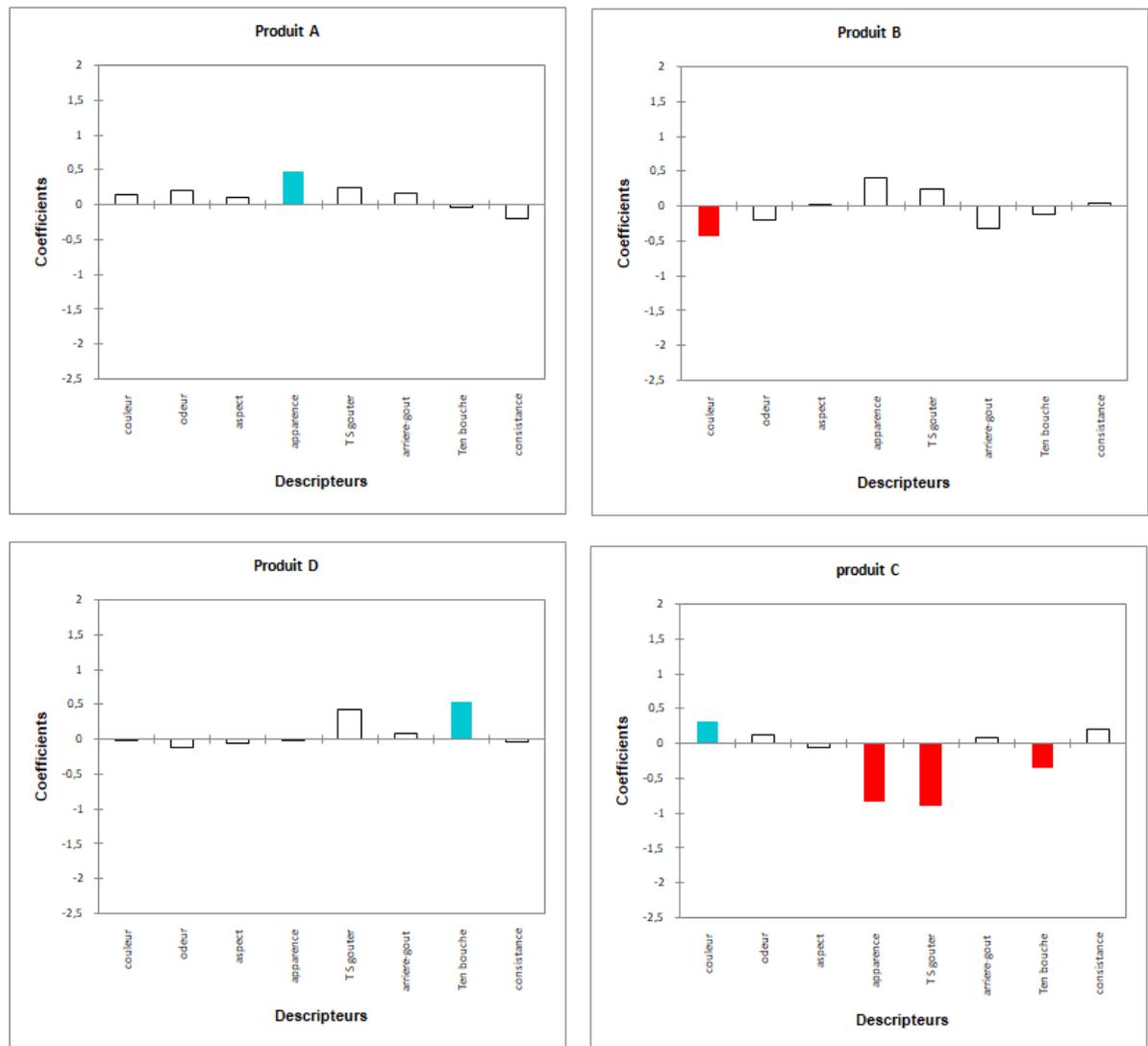


Figure 29 : Coefficients des modèles des échantillons de boissons lactées

- Pour l'échantillon A : la figure indique que les descripteurs apparence présentée en bleu, est la caractéristique détectée de la part des membres de jurys, c'est-à-dire appréciée par l'ensemble des jurys experts. En blanc, sont affichées les caractéristiques du produit qui ne sont pas détectées par les jurys. Donc en résumé, l'échantillon A est caractérisé par un aspect agréable et marqué.
- Pour l'échantillon B : la figure indique que le descripteur présenté en rouge est une caractéristique non appréciée par tous les jurys détectés, qui représente le descripteur couleur. Ce qui nous amène à conclure que l'échantillon de B présente une couleur non appréciable. En blanc, sont affichées les caractéristiques du produit qui ne sont pas détectées par les jurys.
- Pour l'échantillon C : la figure indique que la couleur, présentée en bleu, est la seule caractéristique détectée de la part des membres de jurys, c'est-à-dire que le descripteur

couleur de l'échantillon C est apprécié par l'ensemble des jurys experts. En rouge est une caractéristique non appréciée par tous les jurys détectés, qui représente les descripteurs apparence, texture sans gouter et texture en bouche. En blanc, sont affichées les caractéristiques du produit qui ne sont pas détectées par les jurys. Donc en résumé, l'échantillon C est caractérisé par une couleur agréable.

- Pour l'échantillon D : la figure indique que la texture en bouche, présenté en bleu, est la seule caractéristique détectée de la part des membres de jurys, c'est-à-dire que le descripteur texture en bouche de l'échantillon D est apprécié par l'ensemble des jurys experts. En blanc, sont affichées les caractéristiques du produit qui ne sont pas détectées par les jurys. Donc en résumé, l'échantillon de boisson lactée D est caractérisé par une texture en bouche agréable.

III.7.2.5 Moyennes ajustées par produit

L'objectif de ce test est de définir les moyennes ajustées calculées à partir du modèle pour chaque combinaison descripteur-produit : Les résultats des moyennes ajustées par produit sont représentés dans le (tableau XI)

Tableau XI : Moyennes ajustées par produit

Echantillons	T S gouter	apparence	Ten bouche	aspect	arriere-gout	odeur	consistance	couleur
Produit B	3,667	4,000	3,833	3,583	3,333	3,167	2,417	3,083
Produit D	3,833	3,583	4,500	3,500	3,750	3,250	2,333	3,500
Produit A	3,667	4,083	3,917	3,667	3,833	3,583	2,167	3,667
produit C	2,500	2,750	3,583	3,500	3,750	3,500	2,583	3,833

Le (tableau XI) met en évidence les moyennes croisées entre les différents produits et les caractéristiques. Les cellules en bleu représentent les moyennes qui sont significativement plus élevées que la moyenne globale, tandis que les cellules en rouge correspondent aux moyennes qui sont significativement plus faibles que la moyenne globale. Les cellules en Blanc, quant à elles, indiquent des moyennes qui ne sont pas significativement différentes de la moyenne globale.

Pour l'échantillon A, le descripteur apparence, présente un effet significativement positif sur le produit ; Concernant le produit B, il est caractérisé par une couleur avec un effet négatif sur le produit. Pour l'échantillon C il est considéré comme une boisson lactée présentant une texture sans gouter, en bouche et une apparence avec un effet négatif et une couleur avec un effet positif sur le produit. En revanche pour l'échantillon D, le descripteur texture en bouche présentent un effet significativement positif sur le produit.

III.7.2.5 Préférence MAPPING (Cartographie des préférences)

Cette méthode facilite la corrélation entre les préférences manifestées par les consommateurs et les caractéristiques physico-chimiques, sensoriels ou économiques des produits. Cette approche joue un rôle crucial, car c'est uniquement grâce à elle que les équipes marketing pourront ajuster les produits en fonction des préférences des consommateurs.

La méthode de cartographie des préférences permet de représenter visuellement, sur un même graphique en deux ou trois dimensions, à la fois des objets et des indications indiquant le niveau de préférence des évaluateurs (généralement des consommateurs) à certains points de l'espace de représentation.

III.7.2.5.1. Analyse en composantes principales (ACP)

L'analyse en composantes principales (ACP) est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour l'analyse de données multi variée. Lorsque nous disposons d'un tableau de données quantitatives (continues ou discrètes) dans lequel les observations (individus, produits, etc.) sont décrites par un grand nombre de variables (descripteurs, attributs, mesures, etc.), il devient difficile de comprendre la structure des données et les relations entre les observations en se basant uniquement sur des statistiques descriptives uni variées ou même sur une matrice de corrélation (Jolliffe, 2002)

La (figure 30) permet de présenter les corrélations entre les variables et les facteurs par ACP. La carte obtenue, dont la qualité est bonne puisqu'elle permet de représenter 85.53% de la variabilité, permet de constater que les produits ont été perçus par les experts comme assez différents. Etant donné que la figure montre que tous les descripteurs sont présentés dans le cercle.

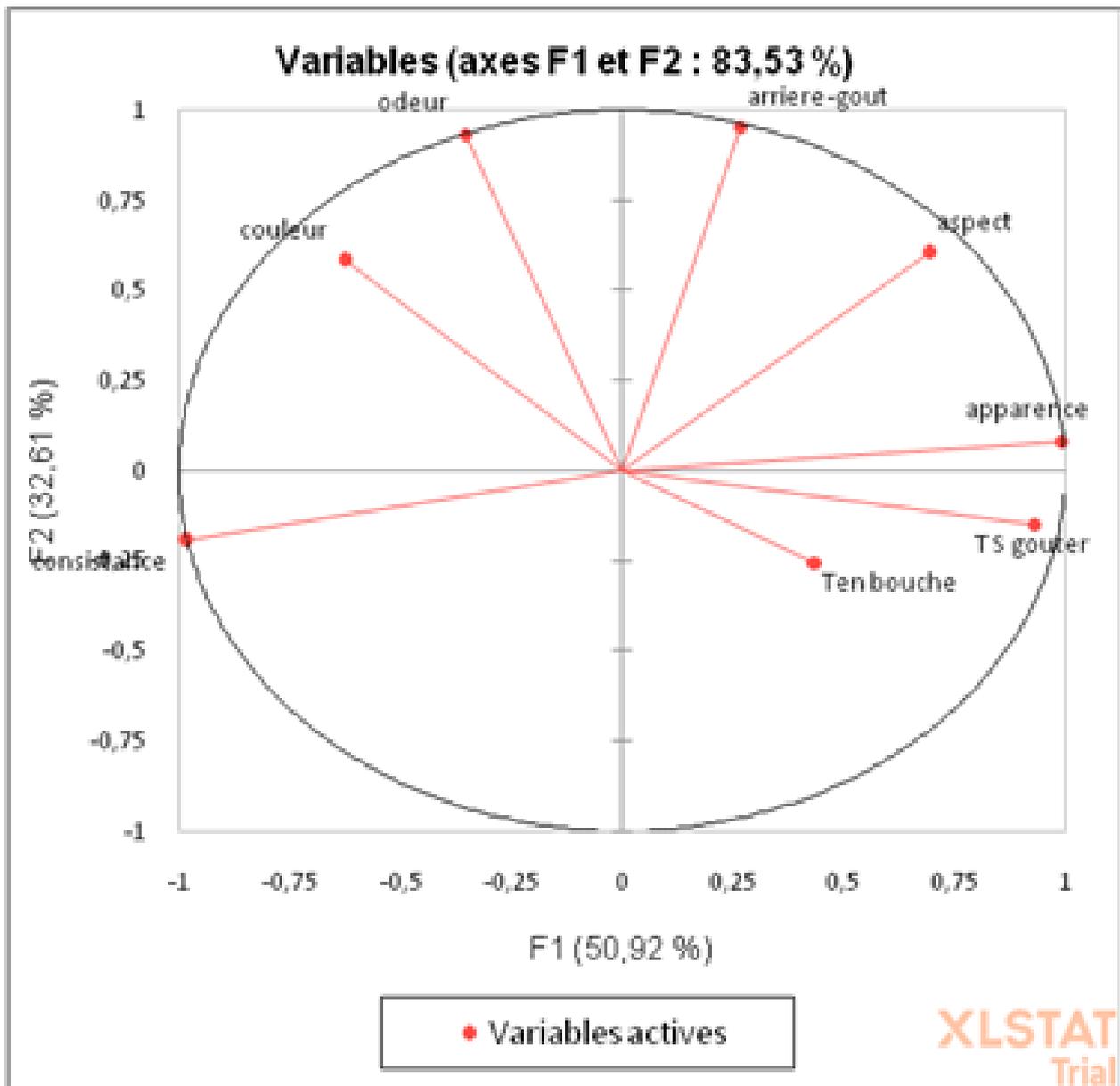


Figure 30 : Corrélations entre les variables et les facteurs

III.7.2.5.2 Classification ascendante hiérarchique (CAH)

Des regroupements successifs produisent un arbre binaire de classification (dendrogramme), dont la racine correspond à la classe regroupant l'ensemble des individus. Ce dendrogramme représente une hiérarchie de partitions. Ce qui permet de choisir une partition en tronquant l'arbre à un niveau donné, le niveau dépendant soit des contraintes de l'utilisateur (l'utilisateur sait combien de classes il veut obtenir), soit de critères plus objectifs (Everitt *et al.*, 2001). Le graphe dans la (figure 31) permet de représenter le profil des classes .

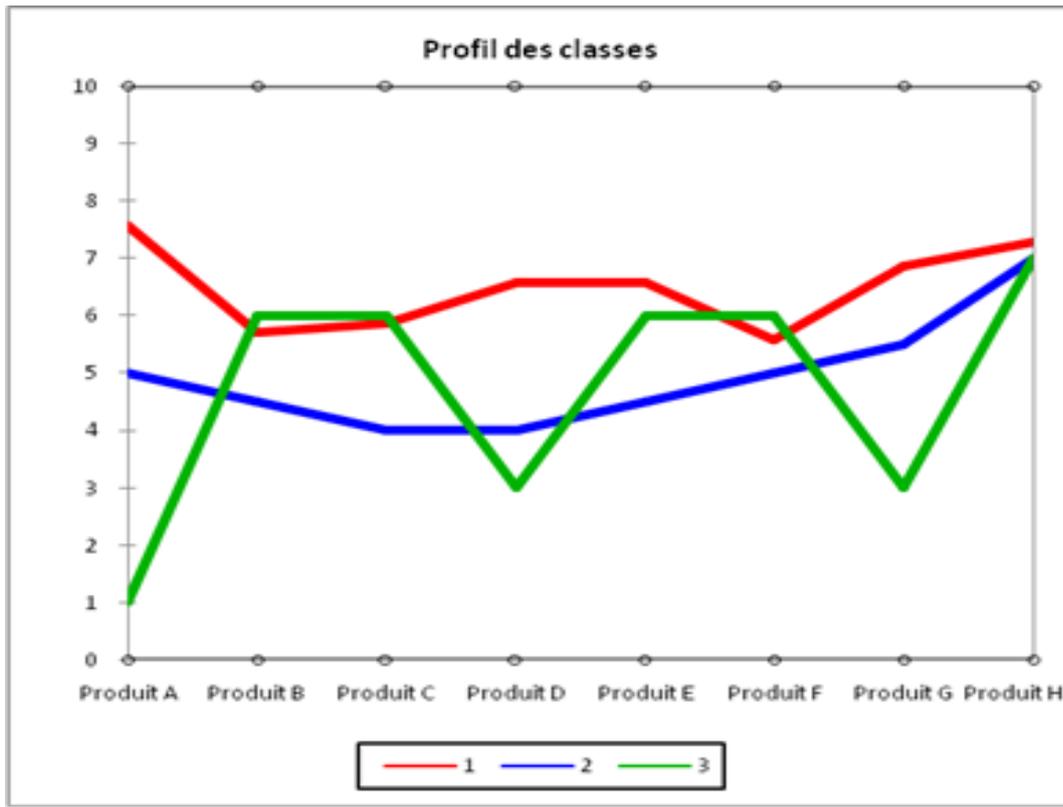


Figure 31 : Profil des classes.

L'application de l'analyse des données CAH génère plusieurs tableaux et graphes. Le graphe du profil des classes permet de comparer visuellement les moyennes des différentes classes créées.

III.7.2.5.3 Synthèse de MAPPING des préférences

Les résultats sont représentés dans les (tableaux XII ; XIII) .

Tableau XII : Objets classés par ordre croissant de préférence juges satisfaits

Classe1	Classe 2	Classe 3	Classe 4
Produit C	Produit B	Produit C	Produit B
Produit D	Produit D	Produit D	Produit D
Produit A	Produit C	Produit B	Produit A
Produit B	Produit A	Produit A	Produit C

Tableau XIII : Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet

Produit	%
Produit A	100
Produit B	50
Produit C	50
Produit D	20

Le (tableau XII) correspond à la classification des objets par ordre croissant des préférences. Dans ce tableau les échantillons sont affichés par ordre croissant de préférence, pour chaque juge. L'échantillon le plus préféré selon la classe 1 est l'échantillon B, pour les classes 2 et 3 c'est l'échantillon A et pour la classe 4 le plus préféré est le C.

Le (tableau XIII) correspond au pourcentage de juges satisfaits. Dans ce tableau sont affichés pour chaque produit le pourcentage de juges étant au-dessus du seuil fixé. L'échantillon A présente un pourcentage de satisfaction de 100%, suivi des échantillons B et C avec un pourcentage de 50%, et l'échantillon D présente le plus faible pourcentage par rapport aux autres échantillons qui est égal à 20%, cela veut dire que c'est les échantillons les moins appréciés.

III.7.2.6 Courbe de niveau et carte des préférences

La (figure 32) définit la courbe des niveaux et la carte des préférences D'après cette figure, le produit A est aimé par 100% des experts par rapport aux autres produits de boissons lactées.

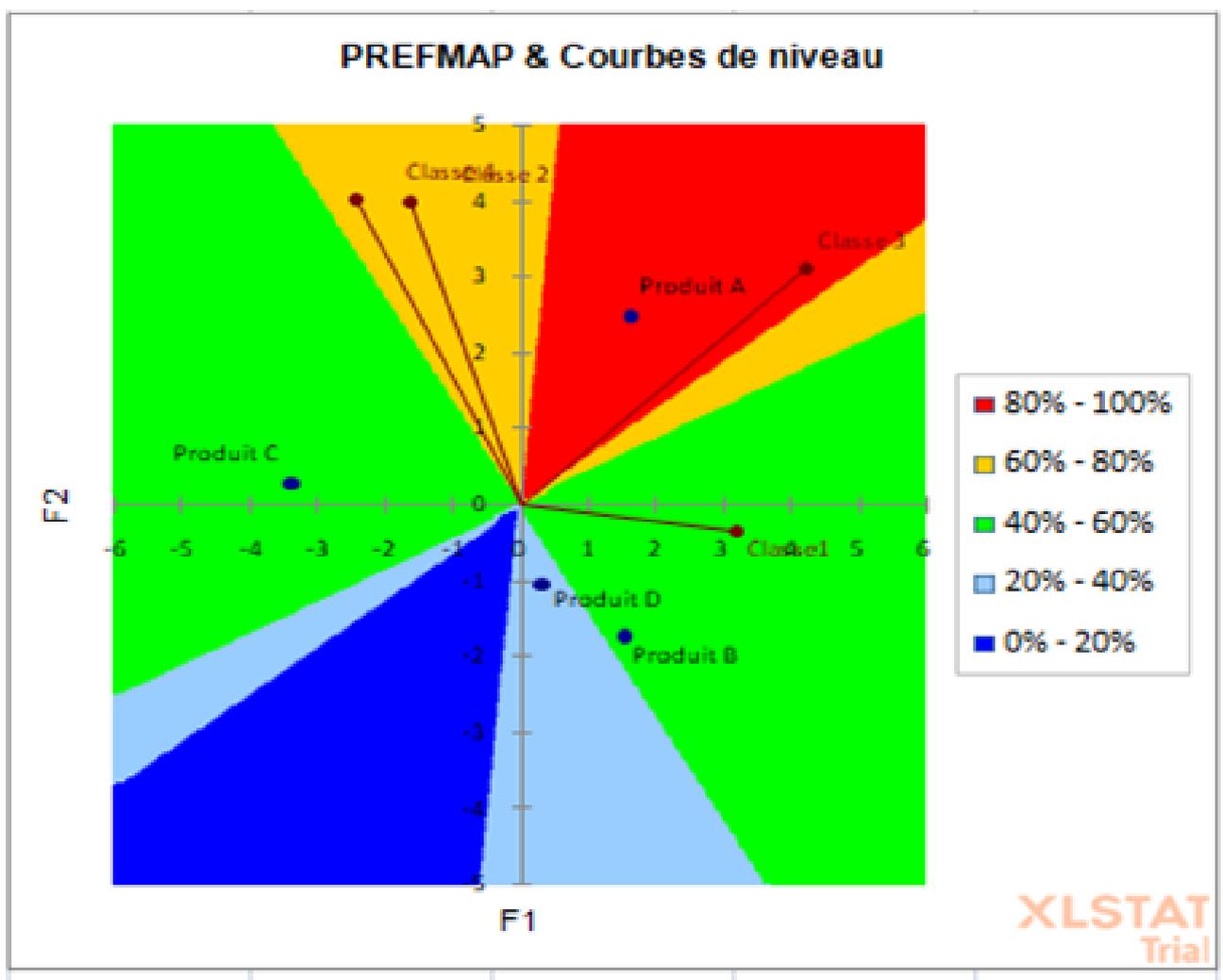


Figure 32 : Courbe de niveau et carte des préférences.

Conclusion

Conclusion

L'exploration de l'utilisation des graines de caroube pour extraire la gomme et des écorces d'orange pour extraire la pectine, en vue de les intégrer à un jus lacté comme alternative à un épaississant synthétique, constitue une initiative prometteuse à étudier à l'échelle expérimentale chez CANDIA, offrant ainsi une opportunité stratégique pour l'industrie alimentaire en Algérie.

Dans le premier volet de cette étude, un essai d'optimisation de l'extraction de pectine à partir d'écorces d'oranges a été réalisé en utilisant un plan d'expérience. Le plan central composite central a permis d'identifier les meilleurs paramètres d'extraction : une température de 80°C, un temps d'extraction de 60 min un pH de 2. Une extraction à l'eau a été effectuée pour récupérer la gomme de caroube et a permis l'obtention d'une gomme blanchâtre très fine.

À l'issue des différents dosages effectués, les données indiquent que la gomme de caroube présente la teneur la plus importante en sucres avec une différence significative à $P \leq 0,05$ ($76,24 \pm 2,05$ g pour 100 g) comparativement à la pectine ($62,64 \pm 2,11$). En ce qui concerne la teneur en protéines, lipides, cendres et en humidité elle est plus élevée et présente une différence significative à $P \leq 0,05$ dans la pectine avec ($1,7 \pm 0,03$; $0,82 \pm 0,067$; $4,19 \pm 1,025$ et $11,15 \pm 0,64$ respectivement) par rapport à la gomme de caroube ($0,6 \pm 0,03$; $0,23 \pm 0,06$; $0,173 \pm 0,025$ et $10,16 \pm 0,14$) respectivement dans la gomme de caroube. Pour la teneur en polyphénols totaux, la pectine détient la quantité la plus importante avec une différence significative à $P < 0,05$ ($0,023 \pm 0,0075$ mg/g MS équivalent acide gallique par rapport à celui de la gomme de caroube qui est de $0,0081 \pm 0,001^b$ mg/g MS équivalent acide gallique).

Dans la deuxième partie, l'évaluation de certaine activité à l'instar l'activité antioxydante en utilisant deux tests, test de l'activité antiradicalaire au DPPH· L'activité de la pectine est plus élevée avec $75,76 \pm 3,44\%$ par rapport à la gomme de caroube qui est très faible $4,88 \pm 0,39$. L'étude statistique a enregistré une différence significative $P < 0,05$. Les résultats du pouvoir réducteur du fer ferrique en fer ferreux de la pectine et la gomme caroube a montré que les deux polymères testés présentent une activité réductrice, cette capacité est proportionnelle à l'augmentation de la concentration, plus on augmente la concentration plus le pouvoir réducteur augmente. L'activité cytotoxique a dévoilé que les galactomannanes de graine de caroube et la pectine ne présente aucune toxicité même à des concentrations élevées (1,5 mg/mL). Par conséquent, de telles propriétés peuvent qualifier la gomme de caroube et la pectine comme produits sains et copieux qui peuvent être exploités avec succès dans de nombreux aliments et préparations.

Conclusion

Le dernier volet concernant l'essai d'incorporation de la pectine d'écorces d'oranges et gomme de caroube dans des boissons lactées élaborée à l'échelle laboratoire au niveau de CANDIA. La détermination de certains paramètres physicochimiques (pH, acidité, degré de Brix, viscosité) des produits formulés indique qu'ils sont conformes aux normes de l'entreprise. Les résultats de l'évaluation sensorielle ont dévoilé que la boisson lactée A avec adjonction de pectine est appréciée par les jurys (100%) ainsi que le produit élaboré par la gomme de caroube qui est apprécié par la plupart des jurys.

Les récentes avancées dans la caractérisation des propriétés de la gomme de graine de caroube et des pectines d'écorces d'oranges algériennes ouvrent des perspectives prometteuses pour leur utilisation dans divers domaines, aussi bien pour des applications traditionnelles que pour des secteurs émergents. Pour exploiter pleinement ces macromolécules, une recherche approfondie et méthodique est indispensable

Cette approche innovante valorise les ressources locales sous-utilisées et renforce la durabilité de la chaîne d'approvisionnement alimentaire. En favorisant une utilisation plus efficace des matières premières disponibles localement, elle pourrait stimuler l'économie régionale et réduire la dépendance aux importations d'additifs alimentaires. De plus, l'utilisation de la gomme de caroube et de la pectine d'orange offre une alternative naturelle et saine aux additifs synthétiques, répondant ainsi à la demande croissante des consommateurs pour des produits alimentaires plus naturels et de meilleure qualité.

En approfondissant les investigations, nous pourrions non seulement enrichir notre compréhension des propriétés spécifiques de ces macromolécules, mais également identifier de nouvelles opportunités d'innovation répondant aux défis complexes des industries modernes. Ces avancées pourraient potentiellement conduire à des solutions technologiques avancées et durables, bénéfiques à la fois pour les industries et pour la société dans son ensemble.

Références bibliographiques

A

Abbou, A., Kadri, N., Debbache, N., Dairi, S., Remini, H., Dahmoune, F., & Madani, K. (2019). Effet du solvant de précipitation sur certaines activités biologiques des polysaccharides de *Pinus halepensis* Mill. des graines. *Journal international des macromolécules biologiques* , 141 , 663-670.

Agarwal P. C., Pruthi J. S., 1968, “A Study of Factors Governing the Recovery and Quality of Pectin from Fresh Mandarin Orange Waste (Peel and Pomace),” *Indian Food Packer*, 22(3), pp. 5–9.

Akhtar, M., Dickinson, E., Mazoyer, J., & Langendorff, V. (2002). Emulsion stabilizing properties of depolymerized pectin. *Food Hydrocolloids*, 16(3), 249-256

Alemzadeh, Iran. "A Study on Plant Polymer: Pectin Production and Modification (RESEARCH NOTE)." *International Journal of Engineering* 23.2 (2010): 107-114.

Albanell E., 1990. Caracterización morfológica, composición química y valor nutritivo de distintas variedades de garrofa (*Ceratonia siliqua* L.) cultivadas en España. Tesis doctoral. Barcelona. España, pp. 209.

Albanell E., 1990. Caracterización morfológica, composición química y valor nutritivo de distintas variedades de garrofa (*Ceratonia siliqua* L.) cultivadas en España. Tesis doctoral. Barcelona. España, pp. 209.

Athamena, S., Chalghem, I., Kassah-Laouar, A., Laroui, S., & Khebri, S. (2010). Activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits de *Cuminum cyminum* L. *Lebanese Science Journal*, 11(1), 69-81.

Azzouzi, H., Elhajji, L., Achchoub, M., Salmaoui, S., Ammadi, A., Harrak, H., ... & Kaoutar, E. (2023). Moroccan Citrus clementina Peels: Optimization of Pectin Extraction, Chemical and Functional Properties.

B

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

Barak, S et Mudgil, D. (2014). Locust bean gum: Processing, properties and food applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 66 : 74–80.

Battle I. & Tous J., 1997. Carob tree. *Ceratonia siliqua* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17. Institute of Plant Genetic and Crops Plant Research. Gatersleben/International Plant Resources Institute. Rome. Italy.

Battle I., 1997. Current situation and possibilities of development of the carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) in the Mediterranean region. Unpublished FAO Report. Rome. Italy.

Battle. etTous J., (1997). Caroub tree. *Ceratoniasiliqua* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops ». 17. Institut of plant Genetic and crops PlantResearch. Médicinales, Maghreb Canada Express Vol. 5, N°9

BeMiller, J. N. (1986). An introduction to pectins: structure and properties.

Benassi, R., Ferrari, E., Grandi, R., Lazzari, S., & Saladini, M. (2007). Synthesis and characterization of new β -diketo derivatives with iron chelating ability. *Journal of inorganic biochemistry*, 101(2), 203-213.

Benmahioul, B., Kaid -Harche, M., Daguin, F. (2011). Le caroubier, une espèce méditerranéenne à usages multiples. *Forêt méditerranéenne* t. XXXII, 1 : 51-58.

Belkheiri, A., Forouhar, A., Ursu, A. V., Dubessay, P., Pierre, G., Delattre, C., ... & Michaud, P. (2021). Extraction, characterization, and applications of pectins from plant by-products. *Applied Sciences*, 11(14), 6596.

Bogdanoff, N.M.; Orrabalís, C.J.; Chacon, W.D.C.; Valencia, G.A. Study of the Mechanical Properties of Gels Formulated with Pectin from Orange Peel. *Biol. Life Sci. Forum* 2023, 28, 3.

Boublenza I, Ghezlaoui S, Mahdad M, Vasa'i F, Chemat F(2019). Algerian carob(*Ceratonia siliqua* L.) populations. Morphological and chemical variability of their fruits and seeds. *Sci Hortic-Amersterdam*.;256:108537

C

Calixto, F.S., Canellas, J., (1982). Components of nutritional interest in carob pods *Ceratonia siliqua*. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 33, 1319–1323.

Chimie.17. 386–40.

Chandel, V., Biswas, D., Roy, S., Vaidya, D., Verma, A., & Gupta, A. (2022). Current advancements in pectin: extraction, properties and multifunctional applications. *Foods*, 11(17), 2683.

D

Dahmani, W., Elaouni, N., Abousalim, A., Akissi, Z. L. E., Legssyer, A., Ziyat, A., & Sahpaz, S. (2023). Exploring carob (*Ceratonia siliqua* L.): A comprehensive assessment of its characteristics, ethnomedicinal uses, phytochemical aspects, and pharmacological activities. *Plants*, 12(18), 3303.

Dairi, S., Madani, K., Aoun, M., Him, J. L. K., Bron, P., Lauret, C., ... & Carbonneau, M. A. (2014). Antioxidative properties and ability of phenolic compounds of *Myrtus communis* leaves

to counteract in vitro LDL and phospholipid aqueous dispersion oxidation. *Journal of food science*, 79(7), C1260-C1270.

Dakia PA, Combo MMA, Yapo BM, Paquot M. (2017). Effect of the Seed Morphology on the Separation Yield, Chemical Characteristics and Thickening Capacity of Carob (*Ceratonia siliqua* L.) Gums. *Asian J Agri Food Sci.*;5(5):30.

Dakia, P.A., Bleckerb, C., Roberta, C., Watheleta, B., Paquota, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. *Food Hydrocolloids*, 22 : 807–818

Dakia, P.A., Bleckerb, C., Roberta, C., Watheleta, B., Paquota, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. *Food Hydrocolloids*, 22 : 807–818

Dakia, PA, Wathelet, B., & Paquot, M. (2007). Isolement et évaluation chimique du germe de graine de caroube (*Ceratonia siliqua* L.). *Chimie alimentaire* , 102 (4), 1368-1374

Davies, WLN, PI Orphanos et J. Papaconstantinou. 1971. Composition chimique de développement de gousses de caroube. *J. Sci. Food Agric.* 22: 83-86.

Deuel, H., & NEUKOM, H. (1954). Quelques propriétés de la gomme de caroube Gorlier P, Germain G. (1998). La viscosité et sa mesure. « La mesure » TIPE.

Dewanto, V., Wu, X., Adom, K. K., & Liu, R. H. (2002). Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(10), 3010-3014.

E

El-Nawawi, S. A., & Shehata, F. R. (1987). Extraction of pectin from Egyptian orange peel. Factors affecting the extraction. *Biological Wastes*, 20(4), 281-290.

Emaga T. H. et al., 2008, “Characterisation of pectins extracted from banana peels (*Musa AAA*) under different conditions using an experimental design,” *FoodChem*, 108, pp. 463-471.

Espinal-Ruiz, M., Restrepo-Sánchez, L. P., Narváez-Cuenca, C. E., & McClements, D. J. (2016). Impact of pectin properties on lipid digestion under simulated gastrointestinal conditions: comparison of citrus and banana passion fruit (*Passiflora tripartita* var. *mollissima*) pectins. *Food Hydrocolloids*, 52, 329-342

Estrada C., Vázquez M., Melis B. & Vadell J., 2006. Fruti cultura de secano. El Algarrobo. In: Labrador. J, Porcuna. J.L & Bello. A (Cords), *Manual de agricultura y ganadería ecológica*. Eumedia. España, pp. 186-195.

F

FAOSTAT (2020). FAO Statistics, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome Accessed 17-May-202

FAOSTAT (2010), www.fao.org

Farahnaky, A., Darabzadeh, N., Majzoobi, M., et Mesbahi, Gh. (2014). Physicochemical Properties of Crude and Purified Locust Bean Gums Extracted from Iranian Carob Seeds. *Journal of Agricultural and Science and Technology*, 16: 125136.

Farahnaky, A., Darabzadeh, N., Majzoobi, M., et Mesbahi, Gh. (2014). Physicochemical Properties of Crude and Purified Locust Bean Gums Extracted from Iranian Carob Seeds. *Journal of Agricultural and Science and Technology*, 16: 125136.

Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). (2016). Carob bean gum; chemical and Technical Assessment (CTA).

Food Nu Sci. 2014;6:278-86.

Freitas, C. M. P., Coimbra, J. S. R., Souza, V. G. L., & Sousa, R. C. S. (2021). Structure and applications of pectin in food, biomedical, and pharmaceutical industry: A review. *Coatings*, 11(8), 922.

G

Garcia-Ochoa, F., et Casas, J A. (1992). Viscosity of Locust Bean (*Ceratonia siliqua*) Gum Solutions. *Journal of the sciences of Food and Agriculture*.59 : 97-100.

Garna, H., Mabon, N., Robert, C., Cornet, C., Nott, K., Legros, H., Wathelet, B. and Paquot, A.: «Effect of extraction conditions on the yield and purity of apple pomace pectin precipitated but not washed by alcohol », *J Food Sci.*, 72, C1-C9 (2007).

Gillet, S., Blecker, C., Paquot, M., Richel, A. (2014). La relation structure chimique propriétés physiques des galactomannanes extraits de la caroube. *Comptes Rendus*

Guízar-Amezcu, M. G., Pineda-Santana, A., González-Domínguez, M. I., Cajero-Zul, L. R., Guerrero-Ramírez, L. G., López-Miranda, A., ... & López-Mercado, J. (2022). Evaluation of pectin extractions and their application in the alkaline Maillard reaction. *Scientific Reports*, 12(1), 19834.

Güzel, M., & Akpınar, Ö. (2019). Valorisation of fruit by-products: Production characterization of pectins from fruit peels. *Food and Bioproducts Processing*, 115, 126-133.

H

Heim, K. E., Tagliaferro, A. R., & Bobilya, D. J. (2002). Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships. *The Journal of nutritional biochemistry*, 13(10), 572-584.

Hend, G., Pawar, P., Dhingra, A., & Adule, P. (2015). Isolation and Characterization of Orange Peel Pectin Extracted by Various Drying Methods. *International Journal of Researches in Biosciences, Agriculture and Technology*, 6, 5-7.

J

Jones, DK 1953. Culture de caroube à Chypre. FAO 53/2/1225. FAO, Rome

K

Kammoun, M., Miladi, S., Ali, Y. B., Damak, M., Gargouri, Y., & Bezzine, S. (2011). In vitro study of the PLA2 inhibition and antioxidant activities of Aloe vera leaf skin extracts. *Lipids in health and disease*, 10(1), 30.

Kanse, N. G., Chirag, S., & Vishal, S. (2018). Effects of operating parameters on extraction of pectin from orange peel's. *International Journal of Engineering Technology Science and Research*, 5(4), 981-987.

Kpodo, F. M., Jato, J., Adjei, C. N. A., Walter, A., Agbenorhevi, J. K., Duah, J., & Nuro-Ameyaw, P. (2023). Physicochemical and functional properties of pulp and pectin from agro-waste of three Cucurbitaceae species. *Food Chemistry Advances*, 3, 100530.

Kıvrak NE, As,kin B, K"uc , " uk"oner E. Comparison of Some Physicochemical Properties of Locust Bean Seeds Gum Extracted by Acid and Water Pre-Treatments.

Kocherane Rima , Krouchi Fazia and DerridjA arezki 2016. genetic resources of carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) in Algeria: insight from pod and seed morphology. *revue agrobiologia* (2019) 9(2): 1581-1600

Kubra, I. R., & Jagan Mohan Rao, L. (2012). Microwave drying of ginger (*Zingiber officinale*Roscoe) and its effects on polyphenolic content and antioxidant activity. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(11), 2311-2317.

Kulkarni, S. G., & Vijayanand, P. (2010). Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa* L.). *LWT-Food Science and Technology*, 43(7), 1026-1031.

L

- Laguerre, M., Lecomte, J., & Villeneuve, P. (2007).** Evaluation of the ability of antioxidants to counteract lipid oxidation: Existing methods, new trends and challenges. *Progress in lipid research*, 46(5), 244-282.
- Lara-Espinoza, C., Carvajal-Millán, E., Balandrán-Quintana, R., López-Franco, Y., & Rascón-Chu, A. (2018).** Pectin and pectin-based composite materials: Beyond food texture. *Molecules*, 23(4), 942.
- Lee, K. Y., & Choo, W. S. (2020).** Extraction optimization and physicochemical properties of pectin from watermelon (*Citrullus lanatus*) rind: comparison of hydrochloric and citric acid extraction. *Journal of Nutraceuticals and Food Science*, 5(1), 1.
- Leroux, J., Langendorff, V., Schick, G., Vaishnav, V., & Mazoyer, J. (2003).** Emulsion stabilizing properties of pectin. *Food Hydrocolloids*, 17(4), 455-462.
- Li, H., Li, Z., Wang, P., Liu, Z., An, L., Zhang, X., & Gao, W. (2024).** Evaluation of citrus pectin extraction methods: Synergistic enhancement of pectin's antioxidant capacity and gel properties through combined use of organic acids, ultrasonication, and microwaves. *International Journal of Biological Macromolecules*, 266, 131164.
- Liphshitz N., 1987.** *Ceratonia siliqua* L. in Israel: An ancient element or a newcomer ?. *Israel J. Bot.* 36: 191-197.
- Lu, D., Cao, Q., Li, X., Cao, X., Luo, F., & Shao, W. (2009).** Kinetics and equilibrium of Cu (II) adsorption onto chemically modified orange peel cellulose biosorbents. *Hydrometallurgy*, 95(1), 145-152.

M

- M'hiri, N., Ioannou, I., Ghou, M., & Mihoubi Boudhrioua, N. (2017).** Phytochemical characteristics of citrus peel and effect of conventional and nonconventional processing on phenolic compounds: A review. *Food Reviews International*, 33(6), 587-619.
- Mamiru, D., & Gonfa, G. (2023).** Extraction and characterization of pectin from watermelon rind using acetic acid. *Heliyon*, 9(2).
- Maran, J. P., & Priya, B. (2014).** Ultrasound-assisted extraction of polysaccharide from
- Mekhoukhe, A., Kicher, H., Ladjouzi, A., Medouni-Haroune, L., Brahmi, F., Medouni-Adrar, S., & Madani, K. (2019).** Antioxidant activity of carob seeds and chemical composition of their bean gum by-products. *J Complement Integr Med.* 20170158.
- Mekhoukhe, A., Kicher, H., Ladjouzi, A., Medouni-Haroune, L., Brahmi, F., Medouni-Adrar, S., & Madani, K. (2019).** Activité antioxydante des graines de caroube et composition

chimique de leurs sous-produits de gomme de haricot. *Journal de médecine complémentaire et intégrative* , 16 (1).

Mekhoukhe, A., Mohellebi, N., Mohellebi, T., Deflaoui-Abdelfettah, L., Medouni-Adrar, S., Boulekbache-Makhlouf, L., & Madani, K. (2021). Traitement de la confiture : Effet du remplacement de la pectine par la gomme de caroube sur ses caractéristiques. *Journal méditerranéen de la nutrition et du métabolisme* , 14 (1), 13-24.

Melgarejo P. & Salazar D.M., 2003. Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas. Vol. II. Mundi-Prensa. España, pp. 19-162.

Mesbahi, G., Jamalian, J. and Farahnaky, A.: «A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems», *Food Hydrocolloids.*, 19, 731–738 (2005)

Mohs, A. M., Mancini, M. C., Singhal, S., Provenzale, J. M., Leyland-Jones, B., Wang, M. D., & Nie, S. (2010). Hand-held spectroscopic device for in vivo and intraoperative tumor detection: contrast enhancement, detection sensitivity, and tissue penetration. *Analytical chemistry*, 82(21), 9058-9065.

Moura, F. A., Macagnan, F. T., Dos Santos, L. R., Bizzani, M., de Oliveira Petkowicz, C. L., & Da Silva, L. P. (2017). Characterization and physicochemical properties of pectins extracted from agroindustrial by-products. *Journal of Food Science and Technology*, 54, 3111-3117.

N

Naik, L., Mamatha, J., Bhargavi, J., Nayomi, T., & Hema, B. (2019). Extraction of pectin from orange peels and optimization of process parameters. *Int J Comput Sci Eng*.

Nephelium lappaceum L. fruit peel. *International Journal of Biological Macromolecules*,

Neukom, H. (1988). Carob bean gum: properties and applications. In: P.Fito, A. Mulet (Eds.), *Proceedings of the III International Carob Symposium* (pp. 551-555). Valencia, Spain.

O

Orphanos P. I. and Papaconstantinou J. (1969), The carob varieties of Cyprus, Tech.

Quezel P. et Santa. S., 1963. « Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales (tome 1). Edition du centre national de la recherche scientifique, 557 p Resource, Nicosia.

P

Petitjean, M., & Isasi, J. R. (2022). Locust bean gum, a vegetable hydrocolloid with industrial and biopharmaceutical applications. *Molecules*, 27(23), 8265.

R

Rodríguez-Solana, R., Galego, L. R., Pérez-Santín, E., & Romano, A. (2018). Production method and varietal source influence the volatile profiles of spirits prepared from fig fruits (*Ficus carica* L.). *European Food Research and Technology*, 244(12), 2213-2229.

Roman-Benn, A., Contador, C. A., Li, M. W., Lam, H. M., Ah-Hen, K., Ulloa, P. E., & Ravanal, M. C. (2023). Pectin: An overview of sources, extraction and applications in food products, biomedical, pharmaceutical and environmental issues. *Food Chemistry Advances*, 2, 100192

S

Said, N. S., Olawuyi, I. F., & Lee, W. Y. (2023). Pectin hydrogels: Gel-forming behaviors, mechanisms, and food applications. *Gels*, 9(9), 732.

Sayed, M. A., Kumar, J., Rahman, M. R., Noor, F., & Alam, M. A. (2022). Effect of extraction parameters on the yield and quality of pectin from mango (*Mangifera indica* L.) peels. *Discover Food*, 2(1), 28.

Schweinfurth, G. (1894). Sammlung Arabisch-aethiopischer Pflanzen, Ergebnisse von Reisen in den Jahren 1881, 1888-89, 1891-92. Bull. Herb. Boissier, 2, 1-114.

Sereewatthanawut I. et al., 2008, "Extraction of protein and amino acids from de oiled rice bran by subcritical water hydrolysis," *BioresourceTechnol.*, 99(3), pp. 555-561.

Su, D. L., Li, P. J., Quek, S. Y., Huang, Z. Q., Yuan, Y. J., Li, G. Y., & Shan, Y. (2019). Efficient extraction and characterization of pectin from orange peel by a combined surfactant and microwave assisted process. *Food chemistry*, 286, 1-7.

Sun B. et al., 2017, "An organic nonvolatile resistive switching memory device fabricated with natural pectin from fruit peel," *Organic Electronics*, 42,pp. 181-186.

T

THIBAUT, J.F. et PETIT, R. (1979). Les substances pectiques : Les polymères végétaux, polymères pariétaux et alimentaires non azotés. Ed. Bordas, Paris

Torres de Pinedo A, Penalver P, Morales JC. Synthesis and evaluation of new phenolic-based antioxidants: structure-activity relationship. *Food Chem.* 2007;103:55–61.

V

Vardar, Y., Ö. Seçmen et M. Ahmed. 1972. Résultats préliminaires sur la composition chimique des haricots de caroube turcs. *Qual. Plante. Mater. Veg.* XXI (4): 367-379 Bull. 5.

W

Wang, S., Chen, F., Wu, J., Wang, Z., Liao, X., & Hu, X. (2007). Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology. *Journal of food engineering*, 78(2), 693-700.

Wu, C. L., Qi, J. R., Liao, J. S., Liu, Z. W., & He, C. A. (2024). Study on low methoxyl pectin (LMP) with varied molecular structures cross-linked with calcium inducing differences in the gel properties. *Food Hydrocolloids*, 146, 109271.

Y

Yapo B.M. et al., 2007, “Effect of Extraction Conditions on the Yield, Purity and Surface Properties of Sugar Beet Pulp Pectin Extracts,” *Journal FoodChemistry*, 100, pp. 1356-1364.

Yurt, A. Y. S. E. L., Bereket, G., Kivrak, A., Balaban, A. Y. L. A., & Erk, B. (2005). Effect of Schiff bases containing pyridyl group as corrosion inhibitors for low carbon steel in 0.1 M HCl. *Journal of Applied Electrochemistry*, 35, 1025-1032.

Z

Zohary M, 1973. *Geobotanical Foundations of the Middle East*, 2 vols. Stuttgart Vavilov N.I, 1951. *The Origin, Variation, Immunity and Breeding of Cultivated Plants* [translated from the Russian by K.S. Chester]. The Ronald Press Co., New York.

Annexes

Annexe 1 :

Tableau : Superficie moyenne récoltée, production et rendement des principaux pays producteurs de caroube au cours des dix dernières années (2012-2021). (Mahdad et Gaouar, 2023)

PAYS	Superficie récoltée (ha)	Production (Tonnes)	Rendement (T/ha)
Espagne	37330	44114	1.18
Portugal	13599	42367	3.12
Italie	5599	31297	5.59
Maroc	10415	22031	2.12
Turque	1911	15489	8.11
Grèce	2580	12753	4.94
Chypre	1254	7932	6.33
Liban	348	3624	10.41
Algérie	781	34467	4.44
Tunisie	412	841	2.04
Totale	74229	183915	2.48

Annexe 2

Tableau : Utilisations de la gomme de caroube et ses applications techniques Droste (1993) mentionné dans (Batlle et Tous, 1997)

Utilisations industrielles	Applications
Pharmaceutiques	Produits anti coeliaques, pommades, comprimés, dentifrice
Cosmétiques	Emulsions et mousses, mousse à raser
Textiles	Epaississant de coloration
Papier	Produit de flottation pour matériel de couverture épaississant pour traitement de surface
Chimiques	Colles, coloriage, polissage, teinture, allumettes, pesticides
Pétrole	Adjuvant de floculation pour augmenter la stabilité
Mines	Produit de flottation
Béton	Renforcement de la solidification
Explosifs	Liant d'eau pour les explosifs

Annexe 3 :

Tableau : Sources de pectine et leurs processus d'extraction (chandel et *al ...*,2022)

Sources	Rendement	Méthode d'extraction
Citron	29%	Extraction acide avec une solution de 1MH ₂ SO ₄ et chauffage par induction électromagnétique
Zeste de citron vert	5.20 à 23.59%	Extraction acide avec de l'acide chlorhydrique ou citrique et des méthodes de chauffage par micro-onde et conventionnelles
Ecorces de pamplemousse	23.44 à 26.74%	Extraction acide avec 0.5M HCL par extraction thermique assistée par ultrasons
Marc de pomme	5.7 à 16.8%	Extraction acide avec 5% (P/V) d'acide citrique
Marc de pomme	13.75 à 17.82% base séché	Extraction acide avec l'acide citrique ou nitrique
Coque de cacao	2 à 9%	Extraction avec HCL par chauffage par micro-onde
Coque de cacao	3.38 à 7.62 %	Extraction acide avec de l'acide citrique ou de l'acide chlorhydrique à ph=2.5 ou 4.0
Têtes de tournesol	15 à 25%	Lavage alcalin 16° C pendant 25min à ph = 5-7 rapport solvant solide de 28 : 1
Betterave à sucre	4.37 à 28.84 %	Extraction enzymatique avec xylanase cellulase et leurs mélanges (1à4h) et traitement assistés par ultrasons
Betterave sucrier pulpe pressée ensiler et séché	13 à 19%	Méthode acide ou cellulase commerciale
Citriolle	10.03 à 8.08%	Extraction enzymatique par cellulase et α -amalyse
Pastèque	13.4%	Extraction acide par solution 1M HCL
Pastèque	14.2 à 19.35%	Extraction acide avec de l'acide nitrique 0.1M pendant 1h
Poire		Extraction enzymatique par une polygalacturonases recombinants
Pulpe de pomme de terre	4.04 à 14.34 %	Extraction acide avec HCL, H ₂ SO ₄ , HNO ₃ acide citrique et acide acétique
Pulpe de betterave sucrière	6.3 à 23.6 %	Extraction acide par l'acide citrique
Pelure de banane	15.89 à 24.08%	Extraction acide par l'acide citrique
Ecorces de mangue	13.85%	Extraction acide à ph 1.5 par HCL 2M Par technique assistée par micro-onde
Graine de lin	0.35 à 0.65 %	Procédure d'extraction alcaline 0.1M HCL à ph 2
Ecorces de grenade	8.5%	Extraction d'acide à l'aide d'acide nitrique 1 M
Kiwi doré	10.7 à 25.3 %	Extraction enzymatique (celluclast 1.5 L ,cytolase CL ,cellulyve TR 400 et NS33048)
Pistache	10.3 à 12%	Extraction acide à l'acide citrique à l'acide chlorhydrique à l'acide sulfurique avec extraction assisté par ultrasons
Ecorces de mangoustan		Extraction acide utilisant H ₂ SO ₄ à ph 2
Artichaut		Extraction enzymatique avec viscozyme
Palmier	102.3 à 105.8%	Extraction acide avec 0.1 mol/l de HNO ₃

Annexe 4 :

Tableau : Différentes application de la pectine (chandel et *al* ...,2022)

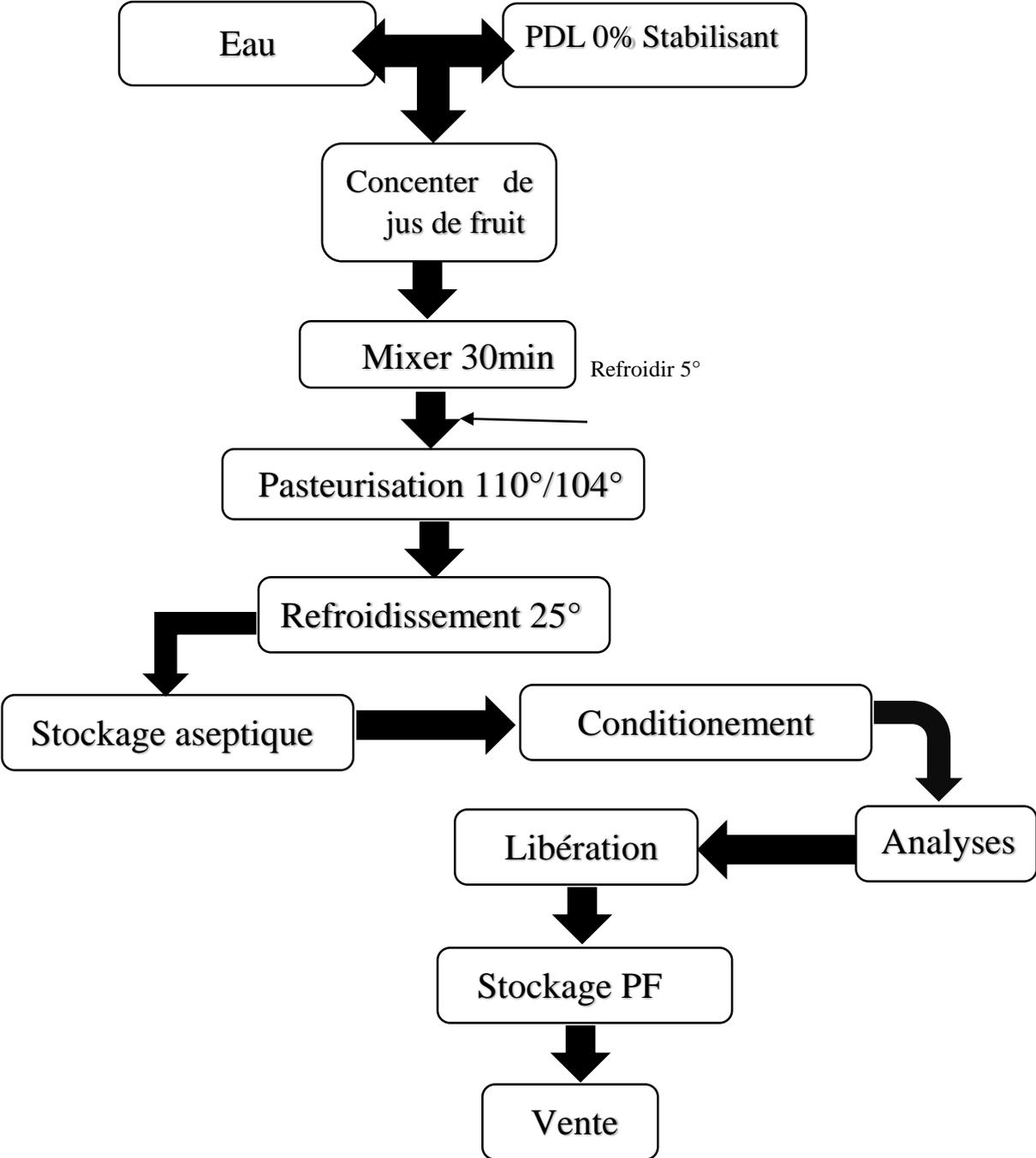
Type d'application	Utilité de la pectine
Industrie alimentaire	<ul style="list-style-type: none">• Confitures et gelées• Agent émulsifiant• Produits de boulangerie• Propriétés, prébiotiques et stabilisantes pour produits laitiers acidifiés
Industrie d'emballage	<ul style="list-style-type: none">• Film d'emballage alimentaire• Enrobage alimentaire
Industrie de santé et pharmaceutique	<ul style="list-style-type: none">• Réduction des LDL concentrations plasmatiques• Réduction des LDL concentrations plasmatiques• Activité antioxydant• Propriétés de liaison métallique• Contrôle glycémique

Annexe 5 :

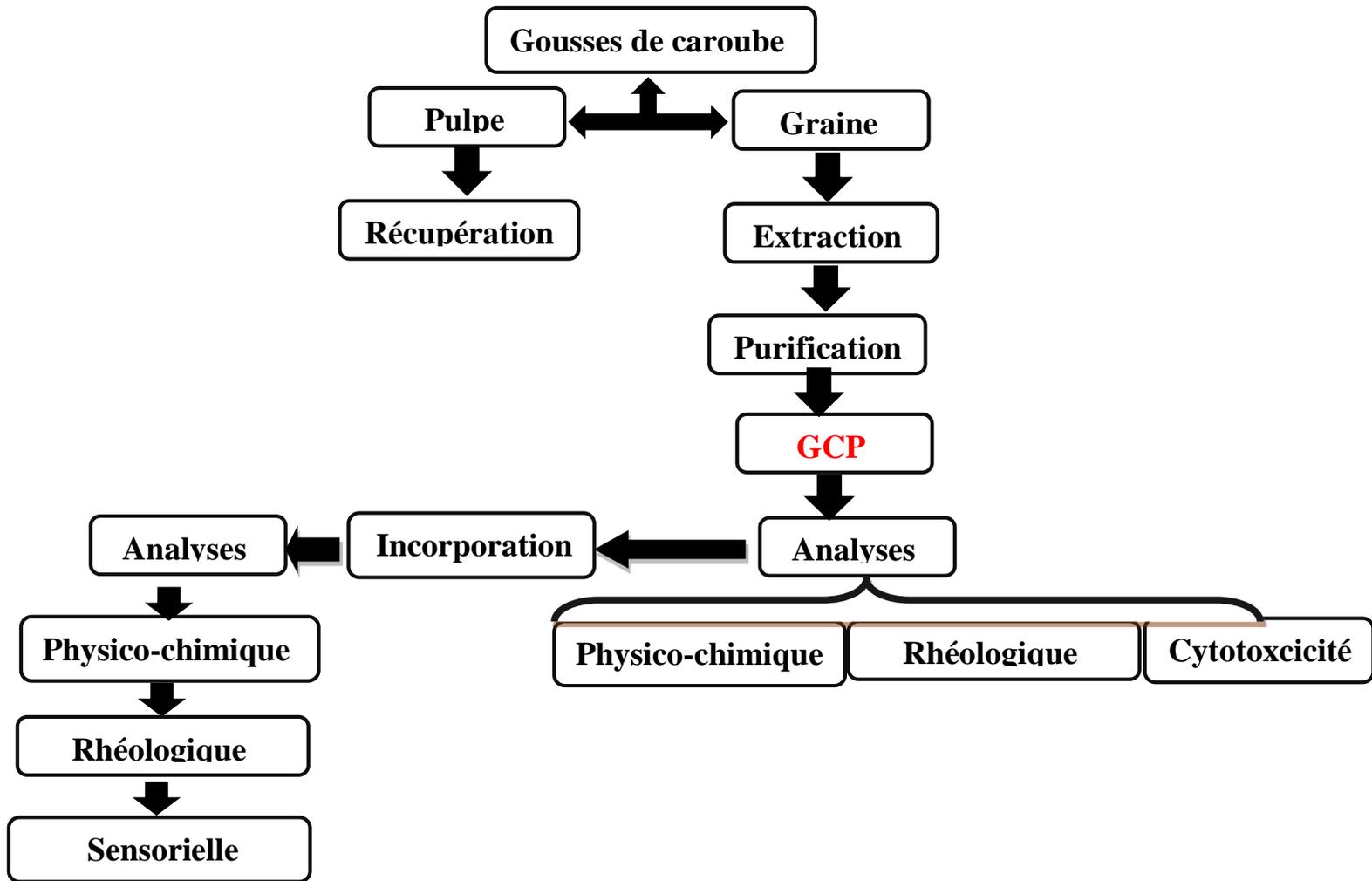
Tableau : Composition proximale et informations nutritionnelles (boissons lactés)

Valeurs nutritionnelle moyennes pour 100ml	Les valeurs	Les ingrédients	Quantité de composants
Protéines (g)	0.7	Lait	-
Glucides (g)	12.1	Eaux	-
Sucres (g)	11.7	pectines	-
Lipides (g)	0.03	gommes	-
Acide gras saturés (g)	0.01	Concentré de fruit	-

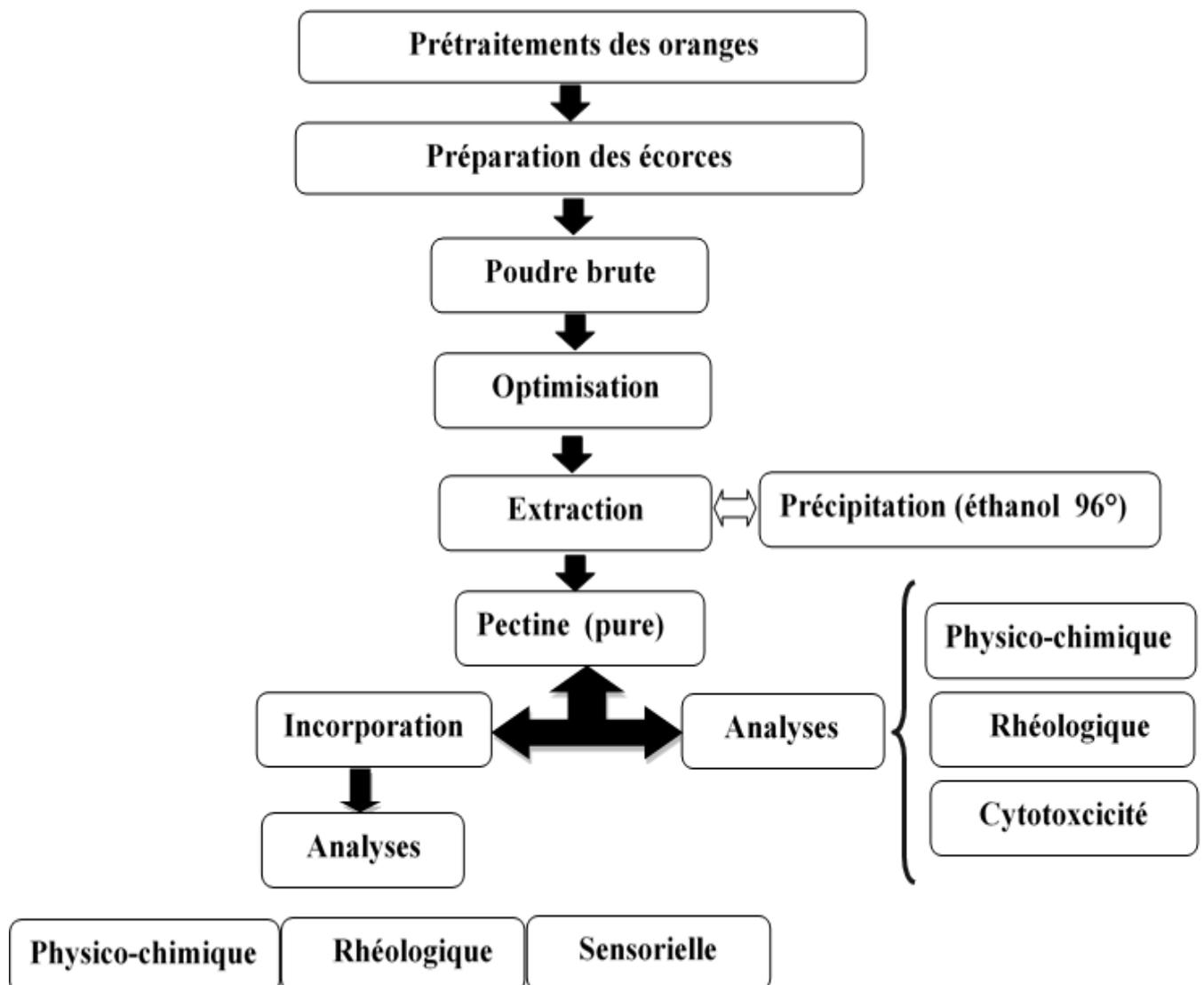
Annexe 6 : Diagramme de fabrication de la boisson lactée à l'échelle industrielle. (Interne à l'entreprise TCHIN-LAIT CANDIA)



Annexe 7 : plan d'extraction de gomme à partir des graines de caroube .



Annexe 8 : Plans d'extraction de la pectine à partir des écorces d'orange.



Annexe 9 : Présentation de l'entreprise (Tchin-lait)

Implantée sur l'ancien site de la limonadière Tchin-tchin, à l'entrée de la ville de Bejaia, Tchin-Lait produit et commercialise le lait longue conservation UHT (Ultra Haute Température) sous le label CANDIA.

• Historique

Tchin-Lait était, à l'origine, une entreprise familiale, spécialisée dans les boissons 1952. Elle a de ce fait, capitalise une longue expérience dans le conditionnement des produits sous forme liquide. L'arrivée des grandes firmes multinationales sur le marché des boissons gazeuses et la multiplication du nombre de limonadiers locaux l'a contraint à réviser sa stratégie ; d'où l'idée d'une reconversion vers le lait UHT, qui a donné naissance à Tchin-Lait.

• Naissance du groupe tchin-lait

Tchin-Lait est une société privée de droit Algérien, fondée par M. Fawzi BERKATI le 17 août 1999, implantée sur l'ancien site de la limonaderie Tchin-Tchin qui était, à l'origine, une entreprise familiale, située à l'entrée de la ville de Bejaia.

Tchin Lait produit et commercialise le lait longue conservation UHT (Ultra Haute Température) sous le label Candia, depuis mai 2001. En 2015, éclot Générale Laitière Jugurta, deuxième site de production, dont le siège est à Baraki (Alger). En novembre 2017, fusion des deux sociétés, Tchin-Lait et Générale Laitière Jugurta en société par actions, dénommées « SPA Tchin-Lait ».

Le groupe a pour vocation la production et la commercialisation, d'une part, de lait longue conservation U.H.T et, d'autre part, des produits dérivés tels que les laits et jus, boisson à l'orange, Cocktail de fruit ...

• Situation géographique

Le groupe Tchin Lait a établi son siège social à Bir Slam, au cœur de la zone urbaine de Bejaïa. Il dispose de plusieurs sites de production répartis géographiquement comme suit :

- Bejaïa : Le premier site de production se trouve à Bir Slam, précisément sur la Route Nationale n°12.
- Alger : Le deuxième site est situé dans la zone d'activité de Haouh El Amirate, à Béraki.
- Sétif : Le troisième site se trouve dans la zone industrielle, au lotissement 163

Ces implantations stratégiques permettent à SPA Tchin Lait d'optimiser sa production et sa distribution à travers différentes régions d'Algérie.



Figure : Localisation de l'unité Tchin lait à Bejaia (Google Maps)

Résumé

Cette présente investigation vise à l'exploitation et la valorisation des ressources issues de certains végétaux à l'instar la gomme de caroube et la pectine, ceci par un essai d'incorporation dans la technologie de fabrication d'une boisson lactée. Les analyses effectuées ont montré que la pectine présente une teneur importante en lipides, protéines, cendres et en humidité en revanche elle détient le taux le plus faible. L'activité antioxydante montre que la pectine présente un potentiel antioxydant plus important que la gomme et les deux hydrocolloïdes ne présentent aucune cytotoxicité.

L'évaluation sensorielle des boissons lactées élaborés montre la satisfaction des dégustateurs avec un pourcentage de 100% pour la boisson lactée additionné de pectine et moindre pour celle élaborée avec la gomme de caroube.

Mots clés : Pectine, Gomme de caroube, Boisson lactée, Activité antioxydante, extraction.

Abstract

This investigation aims to exploit and enhance the value of resources derived from certain plants, such as carob gum and pectin, by attempting to incorporate them into the manufacturing technology of a dairy beverage. The analyses conducted showed that pectin has a significant content of lipids, proteins, ash, and moisture, whereas it has the lowest fat content. The antioxidant activity indicates that pectin has a higher antioxidant potential than gum, and neither of the two hydrocolloids exhibit any cytotoxicity. The sensory evaluation of the developed dairy beverages shows that the tasters were satisfied, with a 100% satisfaction rate for the dairy beverage with added pectin and a lower satisfaction rate for the one made with carob gum.

Keys words : Pectin, Carob gum, milk drink, antioxidant activity, extraction.